

PEMBUATAN BIODIESEL DARI MINYAK KELAPA DENGAN KATALIS H_3PO_4 SECARA *BATCH* DENGAN MENGGUNAKAN GELOMBANG MIKRO

Nama/NRP : Jaharani / 2310100061
Nasichah / 2310100120
Jurusan : Teknik Kimia FTI-ITS
Dosen Pembimbing : Ir. Rr. Pantjawarni Prihatini
Prof. Dr. Ir. Mahfud, DEA.

ABSTRAK

Biodiesel adalah salah satu alternatif bahan bakar yang ramah lingkungan dan tidak beracun. Umumnya, proses pembuatan biodiesel dilakukan dengan proses trans-esterifikasi dengan bantuan katalis basa. Penggunaan katalis asam jarang diminati sebab laju reaksinya yang lebih lambat. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh daya, pengaruh katalis dan pengaruh jenis katalis asam terhadap reaksi trans-esterifikasi. Penelitian dilakukan pada kondisi atmosferik dengan rasio mol minyak kelapa terhadap mol metanol sebesar 1:9 selama 1 jam. Variabel yang digunakan adalah jenis katalis (H_3PO_4 dan H_2SO_4), konsentrasi katalis (w/w) (1%, 2%, 3%, 4% dan 5%) dan variasi daya (100 Watt, 264 Watt dan 400 Watt). Hasil penelitian menunjukkan bahwa semakin besar daya yang digunakan viskositas biodiesel semakin rendah tetapi *yield* semakin besar. Daya 400 Watt menghasilkan *yield* optimum. Konsentrasi dan jenis katalis juga memberikan pengaruh terhadap viskositas dan *yield* biodiesel. *Yield* terbaik diperoleh pada kondisi operasi 400 Watt dengan konsentrasi katalis H_3PO_4 4% (w/w) yakni sebesar 0,15 sedangkan katalis H_2SO_4 akan menghasilkan *yield* terbaik dengan kondisi operasi pada daya 400 Watt dengan konsentrasi katalis 5% yakni sebesar 0,39. Katalis H_2SO_4 memberikan *yield* yang lebih baik apabila waktu operasi

ditambah. Waktu optimum operasi adalah selama 5 jam yang menghasilkan kadar biodiesel 75% dengan *yield* sebesar 0,39. Dari dua jenis katalis, katalis H_2SO_4 lebih baik digunakan sebagai katalis. Hal ini dapat dilihat dari penurunan viskositas rata-rata yang lebih tinggi mencapai 50% dan *yield* yang lebih besar pada daya dan konsentrasi katalis yang sama

Kata Kunci : biodiesel, minyak kelapa, *microwave*, trans-esterifikasi

PRODUCTION OF BIODIESEL FROM COCONUT OIL WITH H_3PO_4 CATALYST IN A BATCH METHOD BY USING MICROWAVES

Name/NRP : Jaharani / 2310100061
Nasichah / 2310100120
Department : Teknik Kimia FTI-ITS
Academic Advisor : Ir. Rr. Pantjawarni Prihatini
Prof. Dr. Ir. Mahfud, DEA.

ABSTRACT

Biodiesel is an alternative fuel that is friendly to environment and non-toxic. Generally, the process of producing biodiesel is done by the trans-esterification process using base catalyst. Acid catalyst is rarely desirable because a slower reaction rate. This study aims to determine the effect of microwave's power, the influence of concentration and type of acid catalyst on the transesterification reaction. This study was conducted at atmospheric conditions with a mole ratio of oil to methanol of 1:9 mol for 1 hour reaction. The variables used are the type of catalyst (H_3PO_4 and H_2SO_4), catalyst concentration (w/w) (1%, 2%, 3%, 4% and 5%) and power of microwave (100 Watt, 264 Watt and 400 Watt). The results showed that the greater power will caused lower viscosity but yields will greater. The optimum power to make greater yield for reaction is 400 Watt. The concentration of the catalyst also gives effect to the viscosity and the yield of biodiesel. On using H_3PO_4 catalysts, catalyst concentration give little influence to the yield. The best yield was obtained at 400 Watts of operating conditions with 4% of catalyst concentration of H_3PO_4 which is equal to 0.15. And by using 5% of catalyst concentration of H_2SO_4 with 400 Watts of operating condition, produced 0,39 of the best yield. This

variable will provide greater yield if the longer operation time. The optimum time for this variabel is 5 hours, content 75% of biodiesel or 0,39 of yield. This study showed catalyst H_2SO_4 better used as a acid catalyst. It can be seen from the average decrease in viscosity and higher yield produced reached 39 on the same power and concentration of catalyst.

Key words : biodiesel, coconut oil, microwave , trans-esterification.

DAFTAR NOTASI

Notasi	Keterangan	Satuan
μ_1	Viskositas Biodiesel (40°C) sebelum proses trans-esterifikasi	cSt
μ_2	Viskositas biodiesel standar NaOH (40°C)	cSt
μ_{FAME}	Viskositas biodiesel (40°C) hasil trans-esterifikasi	cSt
ρ	Densitas	gram/mL
t	Waktu	detik ; jam
k	Ketetapan viscometer Ostwald (2,5)	
m_1	Massa piknometer kosong	gram
m_2	Massa piknometer kosong + sampel	gram
T	Suhu	°C
FFA	<i>Free Fatty Acid</i>	%
FAME	<i>Free Fatty Methyl Acid</i>	
MK	<i>Minyak Kelapa</i>	
M	Molaritas	M
x_1	fraksi minyak kelapa	
x_2	fraksi biodiesel	
V	Volume	mL

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

II.1 Biodiesel

Biodiesel merupakan monoalkil ester dari asam-asam lemak rantai panjang yang terkandung dalam minyak nabati atau lemak hewani untuk digunakan sebagai bahan bakar mesin diesel. Biodiesel dapat diperoleh melalui reaksi trans-esterifikasi trigliserida dan atau reaksi esterifikasi asam lemak bebas tergantung dari kualitas minyak nabati yang digunakan sebagai bahan baku.

Trans-esterifikasi adalah proses yang mereaksikan trigliserida dalam minyak nabati atau lemak hewani dengan alkohol rantai pendek seperti metanol atau etanol yang menghasilkan alkil ester asam lemak (*Fatty Acids Methyl Esters* /FAME, *Fatty Acids Ethyl Esters*/FAEE) atau biodiesel dan gliserol sebagai produk samping. Jenis katalis yang biasa digunakan antara lain seperti natrium hidroksida (NaOH) atau kalium hidroksida (KOH).

Dalam suhu ruang, biodiesel, baik jenis metil ester atau etil ester adalah senyawa yang relatif stabil yang berfase cair. Senyawa ini tidak korosif dan memiliki titik didih rendah. Secara ekonomi, biodiesel jenis metil ester lebih disukai daripada etil ester.

Karena sebagian besar tanaman memiliki kandungan minyak dan asam lemak bebas (*Free Fatty Acid/FFA*) yang berbeda-beda maka minyak nabati sebagai bahan baku pembuatan biodiesel dikelompokkan menjadi tiga jenis berdasarkan kandungan FFA, yaitu:

1. *Refined oil* : Minyak nabati dengan kandungan FFA kurang dari 1,5%
2. Minyak nabati dengan kandungan FFA rendah kurang dari 4%
3. Minyak nabati dengan kandungan FFA tinggi lebih dari 20%

(Joelianingsih, 2003)

Jika bahan baku biodiesel memiliki kandungan FFA, tahap pembuatan biodiesel melalui reaksi trans-esterifikasi, pemisahan gliserol dari metil ester, pemurnian metil ester, pengambilan gliserol sebagai produk samping dan pemurnian metanol tak bereaksi secara destilasi/rectifikasi. Proses esterifikasi dengan katalis asam diperlukan jika minyak nabati mengandung FFA di atas 5%. Sedangkan, jika bahan baku minyak kelapa berkadar FFA tinggi (>5%) maka diperlukan proses pendahuluan yaitu proses esterifikasi. Apabila langsung dilakukan trans-esterifikasi dengan katalis basa maka FFA akan bereaksi dengan katalis membentuk sabun. Terbentuknya sabun dalam jumlah yang cukup besar dapat menghambat pemisahan gliserol dari metil ester dan berakibat terbentuknya emulsi selama proses pencucian.

Sehingga, proses esterifikasi digunakan sebagai proses pendahuluan untuk mengkonversikan FFA menjadi metil ester sehingga mengurangi kadar FFA dalam minyak nabati dan selanjutnya dilakukan trans-esterifikasi dengan katalis basa untuk mengonversikan trigliserida menjadi metil ester.

Kualitas biodiesel sebagai produk bahan bakar mesin diesel ditentukan oleh beberapa parameter, antara lain bilangan setana, kekentalan kinematik, masa jenis, dan lain-lain. Rumusan standar biodiesel di Indonesia dapat dilihat pada tabel di bawah ini.

Tabel II.1 Standar Biodiesel berdasarkan SNI 04-7182-2006

Parameter	SNI 04-7182-2006
Massa jenis pada 40°C (g/cm ³)	0,85 – 0,89
Viskositas Kinematik pada 40°C, (cSt)	2,3 – 6,0
Angka Setana	Min. 51
Titik Nyala (°C)	Min. 100
Titik Kabut (°C)	Min.18
Kadar Air (% volume)	Max. 0,05
Bilangan Iodin (g-I ₂ /100 g)	Max. 115

Minyak nabati mempunyai beberapa keunggulan dibandingkan lemak hewan dalam pembutaan biodiesel. Perbedaan wujud molekular ini memiliki beberapa konsekuensi penting dalam penilaian keduanya sebagai kandidat bahan bakar mesin diesel, yaitu:

1. Minyak nabati (yaitu trigliserida) mempunyai berat molekul besar, jauh lebih besar dari biodiesel (yaitu metil ester). Akibatnya trigliserida relatif lebih mudah mengalami perengkahan menjadi aneka molekul kecil, jika terpanaskan tanpa kontak dengan udara (oksigen)
2. Minyak nabati memiliki viskositas yang lebih besar dari minyak deisel maupun biodiesel sehingga pompa penginjeksi bahan bakar di dalam mesin diesel tak mampu menghasilkan pengkabutan yang baik ketika minyak nabati disemprotkan ke dalam pembakaran

Biodiesel memiliki beberapa kelebihan dibandingkan bahan bakar deisel petroleum. Kelebihan biodiesel adalah sebagai berikut:

1. Termasuk bahan bakar yang dapat diperbaharui
2. Memiliki angka setana yang lebih tinggi dari minyak
3. Dapat langsung digunakan sendiri atau dicampur dengan petroleum diesel
4. Merupakan bahan bakar yang tidak beracun dan dapat dibiodegradasi
5. Penggunaan biodiesel dapat memperpanjang usia mesin diesel karena memberikan pelumasan lebih daripada bahan bakar petroleum.
6. Tidak memerlukan modifikasi mesin diesel.
7. Tidak beracun, bebas dari logam berat, sulfur dan senyawa aromatik.
8. Mengurangi emisi karbon monoksida, hidrokarbon dan NO_x.
9. Mempunyai nilai *flash point* (titik nyala) yang lebih tinggi dari petroleum diesel sehingga lebih aman jika disimpan dan diunakan (Gerpen, et. al, 2005)

Di beberapa negara biodiesel telah banyak dikembangkan sebagai pengganti solar. Bahan baku biodiesel yang

dikembangkan bergantung pada sumber daya alamnya. Misalnya, di Jerman dan Australia, biodiesel dikembangkan dari minyak kanola, di Amerika, biodiesel dikembangkan dari minyak sawit dan dari minyak kelapa di Filipina.

Agar dapat menggantikan solar, biodiesel harus memiliki kemiripan sifat dengan solar. Berikut perbandingan sifat fisik dan sifat kimia serta emisi pembakaran biodiesel dengan solar.

Tabel II.2 Perbandingan sifat fisik dan kimia biodiesel dengan solar

Sifat Fisik/Kimia	Biodiesel	Solar
Komposisi	Ester Alkil	Hidrokarbon
Densitas, g/mL	0,8624	0,8750
Viskositas, cST	5,55	4,6
Titik Kilat C	172,0	98,0
Angka Setana	62,4	53,0
Energi yang dihasilkan, MJ/kg	40,0	45,3

Sumber: International Biodiesel Standard, 2001

Tabel II.3 Perbandingan emisi pembakaran biodiesel dengan solar

Senyawa Emisi	Biodiesel	Solar
SO ₂ , ppm	0	78
NO, ppm	37	64
NO ₂ , ppm	1	1
CO, ppm	10	40
Partikulat, mg/Nm ³	0,25	5,6
Benzen, mg/Nm ³	0,3	5,01
Toluen, mg/Nm ³	0,57	2,31
Xilen, mg/Nm ³	0,73	1,57
Etil Benzen, mg/Nm ³	0,3	0,73

Sumber : Internasional Biodiesel Standard, 2001

II.2 Minyak Kelapa

Minyak kelapa merupakan minyak yang diperoleh dari kopra (daging buah kelapa yang dikeringkan). Kandungan minyak dalam kopra mencapai 63-65%. Minyak kelapa

sebagaimana minyak nabati lainnya merupakan senyawa trigliserida yang terdiri berbagai asam lemak. Sekitar 90% asam lemak jenuh. Selain itu dalam minyak kelapa yang belum dimurnikan juga terdapat kandungan sejumlah kecil komponen bukan lemak seperti fosfatida, gum, sterol (0,06-0,08%), tokoferol (0,003%), dan asam lemak bebas (<5%) dan sedikit protein dan karotin. Sterol berfungsi sebagai *stabilizer* dalam minyak dan tokoserol sebagai antioksidan (Ketaren, 1986). Setiap minyak nabati memiliki sifat dan ciri tersendiri yang sangat ditentukan oleh struktur asam lemak pada rangkaian trigliserida. Minyak kelapa kaya akan asam lemak brantai sedang (C₈-C₁₄), khususnya asam laurat dan asam meristat. Komposisi asam lemak pada minyak kelapa dan beberapa minyak nabati lainnya diperlihatkan pada tabel II.4

Tabel II.4 Komposisi asam lemak beberapa minyak nabati

Asam lemak	Kelapa	Sawit (<i>palm</i>)	Bunga Matahari	Kacang Tanah	Kedelai	<i>Lin</i> <i>Seed</i>
Kaproat (C 6:0)*	0-0,8	-	-	-	-	-
Caprilat (C 8:0)*	5,5-9,5	-	-	-	-	-
Caprat (C 10:0)*	4,5-9,5	-	-	-	-	-
Laurat (C 12:0)	44-51	-	-	-	-	-
Meristat (C 14:0)	13-18,5	0,9-2,4	-	0,5	-	-
Palmitat (C 16:0)	7,5-10,5	32-46,2	3,5-6,5	6-12,5	2,3-11	6
Stearat (C 18:0)	1-3	4-6,3	1,3-5,6	2,5-6	2,4-6	3,2-4
Oleat (C 18:1)	5-8,2	37-53	14-43	37-61	22-30,8	13-37
Linoleat (C 18:2)	1-2,6	6-12	44-68,7	13-41	49-53	5-23
Linolenat (C 18:3)	-	-	-	-	2-10,5	26-60

Sumber: Eckey, E.W. (1954), Knothe, et. al. (2004), *Ketaren(1986)

Tabel II.5 Karakteristik beberapa minyak nabati

Asam lemak	Kelapa	Sawit (palm)	Bunga Matahari	Kacang Tanah	Kedelai	<i>Lin Seed</i>
Suhu memadat (°C)	20-25	30-35	-17	3	-16	-14
Bilangan Iodin	10	54	125	93	130	179
Bilangan penyabunan	268	199	189	192	191	190

Sumber: James Cook University, 1983

Berdasarkan kajian yang dilakukan James Cook University (1983), disimpulkan bahwa minyak kelapa memiliki karakteristik yang paling baik sebagai bahan bakar bila dibandingkan dengan minyak nabati lainnya. Ester dari minyak kelapa merupakan bahan bakar terbaik untuk mesin diesel, bahkan lebih baik dibanding minyak diesel sendiri.



Gambar II.1 Minyak kelapa

Tabel II.6 Data standar minyak kelapa ‘Barco’

Parameter	Kadar
<i>Moisture (%)</i>	Max 0,1
<i>Free Fatty Acid (%)</i>	0.142
Densitas (g/mL)	0,9130
Viskositas (cSt)	32,5

Sumber : Hasil Pengujian

II.3 Gelombang Mikro

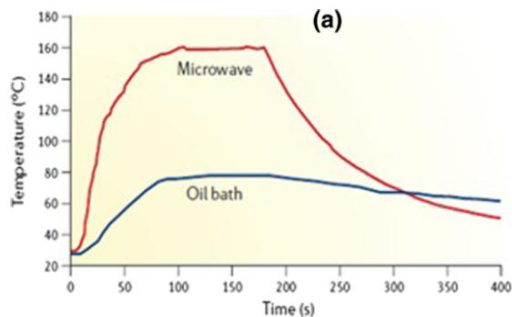
Gelombang mikro (*microwave*) adalah gelombang elektromagnetik dengan frekuensi super tinggi (*Super High Frequency, SHF*) yaitu antara 300 MHz - 300 GHz. *Microwave* memiliki rentang panjang gelombang dari 1 mm sampai 1 m. Pemanasan pada *microwave* dikenal dengan pemanasan dielektrik *microwave*. Dielektrik adalah sejenis bahan isolator listrik yang dapat dikutubkan (*polarized*) dengan cara menempatkan bahan dielektrik dalam medan listrik. Ketika bahan ini berada dalam medan listrik, muatan listrik yang terkandung di dalamnya tidak akan mengalir, sehingga tidak timbul arus seperti bahan konduktor, tapi hanya sedikit bergeser dari posisi setimbangnya mengakibatkan terciptanya pengutuban dielektrik. Adanya pengutuban dielektrik menyebabkan muatan positif bergerak menuju kutub negatif medan listrik, sedang muatan negatif bergerak pada arah berlawanan (yaitu menuju kutub positif medan listrik). Hal ini menimbulkan medan listrik internal (di dalam bahan dielektrik) yang menyebabkan jumlah keseluruhan medan listrik yang melingkupi bahan dielektrik menurun.

Dalam pendekatan teori klasik tentang permodelan dielektrik, sebuah bahan terbuat dari atom-atom. Tiap atom terdiri dari awan bermuatan negatif (elektron) terikat dan meliputi titik bermuatan positif di tengahnya. Dengan keberadaan medan listrik disekeliling atom ini maka awan bermuatan negatif tersebut berubah bentuk. Mekanisme dasar pemanasan *microwave* melibatkan pengadukan molekul polar atau ion yang berosilasi karena pengaruh medan listrik dan magnet yang disebut dengan polarisasi dipolar. Dengan adanya medan yang berosilasi partikel mencoba untuk beradaptasi dimana gerakan partikel dibatasi oleh gaya yang ada (interaksi antar partikel dan tahanan listrik) yang membatasi gerakan partikel dan menghasilkan gerakan random yang menghasilkan panas.

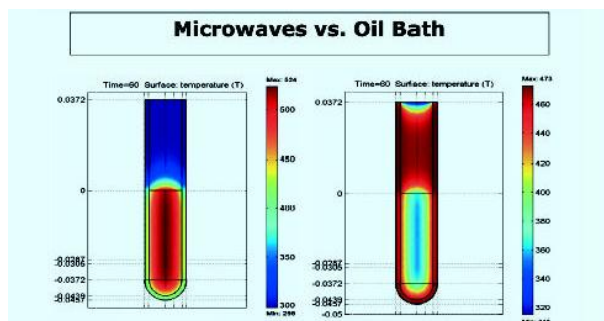
Gelombang mikro dapat dilihat mata kita karena panjang gelombangnya (walaupun sangat kecil dibanding gelombang radio) jauh lebih besar dari panjang gelombang cahaya (di luar

spektrum sinar tampak). Keduanya terdapat dalam spektrum gelombang elektromagnetik. Panjang gelombang cahaya berkisar antara 400-700 nm ($1 \text{ nm} = 10^{-9} \text{ m}$). Sedangkan kisaran panjang cahaya gelombang mikro sekitar 1 – 30 cm ($1 \text{ cm} = 10^{-2} \text{ m}$).

Pemanasan dengan gelombang mikro mempunyai kelebihan yaitu pemanasannya lebih merata karena bukan mentransfer panas dari luar tetapi membangkitkan panas dari dalam bahan. Sifat pemanasan juga selektif artinya bergantung pada dielektrik propertis bahan.



Gambar II.2 Perbandingan temperatur *microwave* dengan pemanasan konvensional

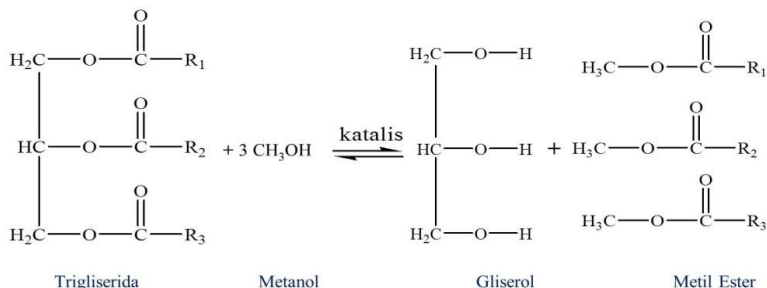


Gambar II.3 Kondisi *thermal* pemanasan pada *microwave* dan pemanasan konvensional

Pada pemanasan konvensional, dinding reaktor dipanasi terlebih dahulu baru terjadi pemanasan pada solven. Pendistribusian panas di dinding reaktor selalu mengakibatkan perbedaan temperatur antara dinding reaktor dan solven. Sebaliknya, pada pemanasan dengan *microwave*, panas hanya didistribusikan pada partikl dan solven, sehingga panas solven lebih merata (Taylor, et. al. 2005). Sehingga, dengan demikian akan mengakibatkan reaksi trans-esterifikasi lebih cepat.

II.4 Reaksi Trans-esterifikasi

Dalam trans-esterifikasi minyak nabati, trigliserida bereaksi dengan alkohol dengan adanya asam kuat atau basa kuat sebagai katalis menghasilkan campuran *fatty acid alkyl ester* dan gliserol (Freedman et al, 1986). Reaksi trans-eterifikasi antara minyak atau lemak alami dengan metanol ditunjukkan sebagai berikut:



Freedman et. al. (1986) juga menuliskan bahwa reaksi trans-esterifikasi merupakan reaksi yang berjalan tiga tahap dan *reversible* (bolak-balik) dimana mono- dan digliserida terbentuk sebagai intermediet. Reaksi stoikimetris membutuhkan 1 mol trigliserida dan 3 mol alkohol. Alkohol digunakan secara berlebih untuk meningkatkan *yield* alkil ester dan untuk memudahkan pemisahan fasanya dari gliserol yang terbentuk (Schuchdart, et. al., 1998).

Beberapa hal yang mempengaruhi proses trans-esterifikasi antara lain, suhu, kecepatan pengadukan, jenis dan konsentrasi katalis dan perbandingan antara alkohol dan asam lemak. Proses trans-esterifikasi akan berlangsung lebih cepat apabila suhu reaksi dinaikkan mendekati titik didih alkohol yang digunakan. Semakin tinggi kecepatan pengadukan akan menaikkan pergerakan molekul dan menaikkan pergerakan molekul dan menyebabkan terjadinya tumbukan. Pada awal terjadinya reaksi, pengadukan akan menyebabkan terjadinya difusi antara minyak atau lemak sampai terbentuk alkil ester. Pemakaian alkohol berlebih akan mendorong reaksi ke arah pembentukan alkil ester dan semakin besar kemungkinan terjadinya tumbukan antara molekul-molekul alkohol dan minyak yang bereaksi (Hui, 1996).

Menurut Schuchardt, et. al., (1998), kemurnian reaktan terutama kandungan air dan kandungan asam lemak (FFA) juga merupakan faktor yang mempengaruhi keberlangsungan trans-esterifikasi.

II.5 Katalis Reaksi

Katalis adalah suatu zat yang dapat mempercepat laju reaksi tanpa mengalami perubahan atau terpakai oleh reaksi itu sendiri. Katalis juga memungkinkan reaksi berlangsung lebih cepat atau memungkinkan reaksi terjadi pada suhu lebih rendah akibat perubahan yang dipicunya terhadap pereaksi. Katalis menyediakan suatu jalur pilihan dengan energi aktivasi yang lebih rendah. Katalis dapat mengurangi energi yang dibutuhkan untuk berlangsungnya reaksi. Katalis akan efektif dalam menaikkan laju reaksi sebab memuat kemungkinan mekanisme dimana masing-masing mempunyai energi aktivasi yang lebih rendah dibandingkan proses tanpa katalis.

Berdasarkan fassnya, katalis dapat dikelompokkan menjadi katalis homogen dan katalis heterogen. Katalis heterogen yaitu katalis yang berbeda fasa dengan reaktan dan produk reaksinya sedangkan katalis homogen adalah katalis yang fasanya

sama dengan pereaksinya. Katalis heterogen biasanya berfasa padat dan memiliki pusat aktif yang tidak seragam (Satterfield, 1980).

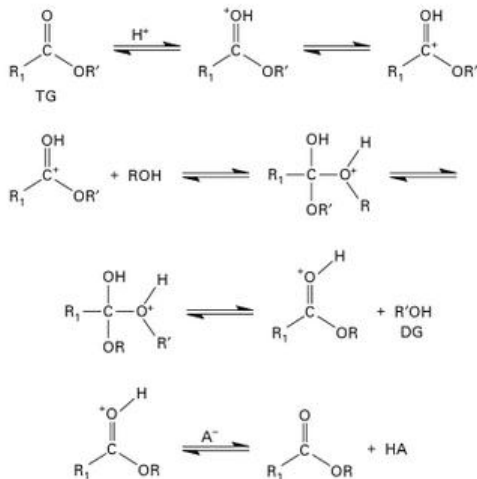
Dalam proses pembuatan biodiesel, katalis yang sering digunakan dalam reaksi trans-esterifikasi adalah alkali, asam atau enzim. Penggunaan enzim tergolong belum umum dibandingkan penggunaan alkali atau basa dan asam karena harganya yang lebih mahal dan belum banyak penelitian yang membahas kinerja katalis ini.

Jenis katalis basa yang bias digunakan antara lain natrium metoksida (NaOCH_3), natrium hidroksida (NaOH), kalium hidroksida (KOH), kalium metoksida (KOCH_3), natrium amida, natrium hidrida, kalium amida dan kalium hidrida (Sprules, et.al., 1950). Sedangkan katalis asam yang digunakan adalah asam sulfat (H_2SO_4), asam fosfat (H_3PO_4), asam klorida, dan asam organik. Pada katalis asam ini, katalis asam sulfat paling banyak digunakan.

Trans-esterifikasi Katalis asam

Penelitian mengenai penggunaan katalis asam masih sangat terbatas dibandingkan katalis basa. Penggunaan katalis asam pada pembuatan biodiesel kurang diminati karena laju reaksinya yang pelan. Walaupun demikian katalis asam mempunyai keunggulan yaitu fleksibilitasnya untuk digunakan pada bahan baku yang memiliki asam lemak bebas yang tinggi (Schuchardt, 1998).

Pada trans-esterifikasi katalis, perbandingan molar alkohol dan minyak adalah salah satu faktor yang berpengaruh. Adanya alkohol yang berlebih akan mningkatkan jumlah produk. Akan tetapi, alkohol yang berlebih akan menyulitkan proses pemisahan gliserol. Bart, et. al. (2010) menuliskan dalam buku *Biodiesel Science and Technology* bahwa mekanisme trans-esterifikasi dengan katalis asam dari minyak nabati digambarkan sebagai berikut:



Dalam mekanisme trans-esterifikasi katalis asam untuk monogliserida yang juga berlaku serupa untuk di- dan trigliserida. Berdasarkan mekanisme tersebut, asam karboksilat dapat terbentuk oleh reaksi karbokasi tahap II dengan adanya air dalam campuran reaksi. Hal ini menjadi alasan mengapa trans-esterifikasi-katalis asam harus berlangsung tanpa adanya air (Manurung, 2006).

Produk yang dihasilkan setelah proses trans-esterifikasi merupakan campuran antara metil ester (biodiesel) dan gliserol. Untuk mendapatkan produk murni harus dipisahkan antara gliserol dengan metil esternya. Hal-hal yang memengaruhi reaksi trans-esterifikasi perlu diperhatikan agar didapatkan produk biodiesel dengan jumlah yang maksimum. Beberapa kondisi reaksi yang memengaruhi konversi serta perolehan biodiesel melalui trans-esterifikasi adalah sebagai berikut :

- Pengaruh air dan asam lemak bebas
- Pengaruh perbandingan molar alkohol dengan minyak
- Pengaruh waktu reaksi
- Pengaruh jenis katalis
- Pengaruh temperatur

II.6 Bahan Kimia Lain

• Metanol

Metanol disebut juga dengan metil alkohol yaitu merupakan senyawa organik yang paling sederhana dari alkohol. Formula molekularnya adalah CH_3OH . Metanol mempunyai bilangan oktan yang tinggi. Metanol pada umumnya dibuat dari gas alam, dapat juga dihasilkan dari *biomass*. Metanol bersifat racun, jika terhirup menyebabkan sesak nafas dan jika terminum akan berbahaya. Penelitian ini memilih metanol sebagai jenis alkohol pereaktan sebab metanol adalah senyawa alkohol berantai karbon terpendek dan bersifat polar. Sehingga dapat bereaksi lebih cepat dengan asam lemak, dapat melarutkan semua jenis katalis (baik basa maupun asam) dan lebih ekonomis (Ma, et. al., 1999).

a. Sifat Fisika

Berat Molekul	: 32,04 kg/kgmol
Sp.gr	: 0,791
Kekentalan	: 0,86 cP
Titik didih	: 64,7 °C
Titik nyala	: 15,6 °C
Titik leleh	: -97,68 °C
Suhu <i>Autoignition</i>	: 464 °C
Panas Penguapan	: 1128,8 kJ/kg
Suhu Kritis (Tc)	: 239,49 °C
Tekanan Kritis (Pc)	: 79,94 atm
Cp (<i>Liquid</i>)	: 81,08 J/gmol.K

b. Sifat Kimia

- Kelarutan dalam air (1g/100g air) : tak terhingga, bersifat polar
- Metanol merupakan zat yang mudah terbakar dan bersifat eksplosif ketika bercampur dengan udara

• Katalisator Reaksi

Katalis yang digunakan secara umum biasanya dalam bentuk liquid karena selain pengontrolan yang lebih mudah, katalis dalam bentuk liquid pada umumnya membutuhkan panas

reaksi yang lebih kecil daripada katalis solid. Akan tetapi katalis liquid membutuhkan pencucian dan separasi yang cukup kompleks. Katalis padat jarang digunakan dalam proses pembuatan biodiesel. Hal ini dikarenakan katalis padat membutuhkan panas reaksi yang lebih besar sehingga waktu reaksi sampai dicapai keadaan optimum membutuhkan waktu yang lebih lama. Berikut beberapa sifat fisik dari katalis yang digunakan.

Asam Fosfat (H_3PO_4)

Sifat fisik dari asam fosfat dapat dijabarkan sebagai berikut :

Rumus Molekul	: H_3PO_4
Berat Molekul	: 97,995 g/mol
Titik didih	: 158 °C
Titik leleh	: 42,35 °C (anhidrat)
Solubilitas	: 5,48 g/mL
Densitas	: 3,35 g/cm ³
Viskositas	: 2,4 – 9,4 cP

Asam Sulfat (H_2SO_4)

Sifat fisik dari asam sulfat dapat dijabarkan sebagai berikut :

Rumus kimia	: H_2SO_4
Berat Molekul	: 98,08 g/mol
Titik didih	: 335°C
Titik leleh	: -20°C
Densitas	: 1,84 g/cm ³
Angka pH	: 0,3 (49 g/L, H_2O , 25°C)
Tekanan uap	: 0,0001 hPa (20°C)

II.7 Parameter Karakteristik Biodiesel

Beberapa parameter dalam biodiesel diantaranya (Atabani, et.al, 2011)

a. Viskositas kinematik

Viskositas adalah tahanan yang dimiliki fluida yang dialirkan terhadap gaya gravitasi. Viskositas yang tinggi menunjukkan sifat pelumasan yang lebih baik. Pada umumnya bahan bakar harus mempunyai viskositas yang relatif rendah agar dapat

mudah mengalir dan teratomisasi. Hal ini disebabkan oleh putaran mesin yang cepat membutuhkan injeksi bahan bakar yang cepat pula.

b. *Flash point*

Flash Point adalah temperatur dimana pada temperatur tersebut akan memicu pembakaran saat terkena api. Hal ini berkaitan dengan keamanan dalam penyimpanan dan penanganan bahan bakar. Jika *flash point* terlalu rendah dapat menyebabkan bahaya api. Oleh karena itu *flash point* sebaiknya ditingkatkan di atas nilai minimum yang diizinkan.

c. Densitas

Densitas adalah perbandingan jumlah massa suatu zat terhadap volumenya. Untuk mengukur densitas liquid dapat menggunakan hydrometer. Adapun alat yang lebih sering digunakan adalah piknometer. Densitas dapat berubah, tergantung pada tekanan atau temperatur.

d. Titik kabut dan titik tuang

Titik kabut adalah temperatur dimana pertama kali muncul kristal-kristal saat bahan bakar didinginkan. Meski bahan bakar masih dapat mengalir pada suhu ini, keberadaan kristal dalam bahan bakar dapat memengaruhi kelancaran aliran bahan bakar dalam filter, pompa, dan injektor. Sedangkan titik tuang adalah temperatur terendah yang masih memungkinkan bahan bakar masih dapat mengalir atau temperatur dimana bahan bakar mulai membeku atau mulai berhenti mengalir. Di bawah titik tuang bahan bakar tidak dapat lagi mengalir karena terbentuknya kristal yang menyumbat aliran bahan bakar.

e. Bilangan iodin

Bilangan Iodin menunjukkan tingkat ketidakjenuhan atau banyaknya ikatan rangkap asam lemak penyusun biodiesel. Biodiesel dengan kandungan bilangan iod yang tinggi akan mengakibatkan pembentukan deposit pada *injector nozzle* dan cincin piston pada saat mulai pembakaran.

f. Kadar air

Kadar air dalam minyak merupakan salah satu tolak ukur mutu minyak. Makin kecil kadar air dalam minyak maka mutunya makin baik. Hal ini dapat memperkecil kemungkinan terjadinya reaksi hidrolisis yang dapat menyebabkan kenaikan kadar asam lemak bebas. Kandungan air dalam bahan bakar juga dapat menyebabkan turunnya panas pembakaran, berbusa dan bersifat korosif jika bereaksi dengan sulfur karena akan membentuk asam.

g. Angka setana

Bilangan setana menunjukkan seberapa cepat bahan bakar mesin diesel yang dapat diinjeksikan ke ruang bahan bakar agar terbakar secara spontan. Bilangan setana dari biodiesel dipengaruhi oleh struktur hidrokarbon penyusun. Semakin rendah bilangan setana maka semakin rendah pula kualitas penyalan karena memerlukan suhu penyalan yang lebih tinggi.

II.8 Penelitian Sebelumnya

Beberapa penelitian terkait pembuatan biodiesel yang telah dilakukan antara lain:

1. Siti Zulaikhah, Chao-Chin Lai, Shaik Ram Vali, Yi Hus Ju (2005)

Melakukan penelitian pembuatan biodiesel dari minyak dedak padi dengan menggunakan katalis asam sulfat secara konvensional. Dari penelitian ini diperoleh *yield* sebesar 72,5% dalam waktu 8 jam dengan menggunakan ratio minyak terhadap ratio alkohol sebesar 1:12.

2. Rahayu Wilujeng, Ayyu Fityatin (Jurusan Teknik Kimia FTI ITS 2011)

Melakukan penelitian tentang pembuatan biodiesel dengan memanfaatkan gelombang *microwave* dengan proses secara kontinyu. Dari penelitian tersebut didapat bahwa dihasilkan kualitas *yield* biodiesel terbaik pada daya *microwave* sebesar 400 watt yaitu 91,77%. Sedangkan rate aliran bawah paling

efektif adalah sebesar 0,267 mL/s, dimana dihasilkan *yield* maksimum dengan nilai yang memenuhi SNI

3. Gria Armando, Rhesa Purnama (Jurusan Teknik Kimia FTI ITS, 2012)

Melakukan penelitian tentang pembuatan biodiesel dengan memanfaatkan gelombang *microwave* dengan proses secara *batch* dengan memanfaatkan katalis CaO dan H₂SO₄. Dari penelitian tersebut didapat bahwa dihasilkan kualitas *yield* biodiesel terbesar pada waktu 20 menit yaitu 60,11% dengan menggunakan katalis CaO. Namun hasilnya tidak memenuhi standar karena reaktor tidak mampu beroperasi pada suhu dan tekanan tinggi.

4. Giar Pradipta, Lukerintaningdinar (Jurusan Teknik Kimia FTI ITS, 2013)

Melakukan penelitian tentang pembuatan biodiesel dengan memanfaatkan gelombang *microwave* dengan proses secara *batch* dengan katalis CaO. Dari penelitian tersebut didapat bahwa dihasilkan kualitas *yield* biodiesel paling efektif pada ratio minyak kelapa terhadap methanol 1:9 dengan katalis 3% dengan daya 400 Watt.

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

Penelitian dilakukan dengan menggunakan gelombang mikro (*microwave*). Penggunaan *microwave* dapat memperkecil waktu reaksi. Penelitian dilakukan dengan memvariasikan jenis katalis, daya pada *microwave* dan konsentrasi penggunaan katalis untuk mengetahui *yield* biodiesel yang dihasilkan.

III.1 Bahan dan Alat

a. Bahan:

1. Minyak Kelapa
Minyak Kelapa atau *coconut oil* yang akan digunakan sebagai bahan baku adalah minyak kelapa yang diperoleh dari supermarket dengan merek *Coconut Oil Barco*. Kadar asam lemak bebas = 0,142 %
2. Katalis H_3PO_4
3. Katalis H_2SO_4
4. Metanol (CH_3OH)
Methanol yang digunakan sebagai pereaksi sebagai reaksi trans-esterifikasi diperoleh dari pemasok bahan kimia Brataco Chem merek PROLAB-UN 1230 *Made In France*, kadar 99%
5. Aquades

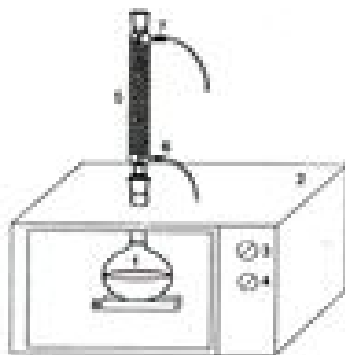
b. Peralatan

Peralatan proses yang digunakan dalam percobaan ini adalah sebagai berikut:

1. Corong Pemisah
2. Oven
3. Reaktor

Reaktor yang digunakan pada reaksi trans-esterifikasi ini adalah reaktor kaca labu leher satu dilengkapi dengan kondensor refluks. Di dalam reaktor juga dilengkapi dengan pengadukan sebagai homogenisasi larutan saat proses reaksi.

Rancangan peralatan yang digunakan pada proses reaksi transesterifikasi seperti pada gambar III.1.



Gambar III.1 Rangkaian peralatan reaksi trans-esterifikasi

Keterangan gambar :

1. Reaktor labu leher satu
2. *Microwave*
3. Kontrol daya
4. Kontrol waktu
5. Kondensor refluks
6. Aliran air pendingin masuk
7. Aliran air pendingin keluar
8. *Magnetic stirrer*

III.2. Prosedur Penelitian

Metode yang digunakan dalam pembuatan biodiesel dari adalah proses trans-esterifikasi dengan menggunakan radiasi gelombang *microwave*. Adapun langkah-langkah pengerjaannya secara singkat dijelaskan sebagai berikut:

III.2.1 Tahap Percobaan

Tahap penelitian ini meliputi beberapa tahapan, diantaranya yaitu :

A. Perlakuan Pendahuluan

1. Mengambil 50 mL minyak kelapa
2. Memanaskan minyak kelapa selama 15 menit.
3. Mencampur dan mengaduk katalis dengan metanol (persen massa katalis terhadap minyak goreng disesuaikan dengan variabel)

B. Tahap Transesterifikasi dan Pemisahan

1. Menambahkan minyak kelapa pada campuran metanol dengan katalis.
2. Mengatur daya pemanasan sesuai dengan variabel.
3. Mengatur kecepatan stirer pengadukan.
4. Memanaskan campuran di dalam *microwave* dengan selama 1 jam.
5. Menghentikan pemanas setelah 1 jam.
6. Memindahkan hasil trans-esterifikasi ke dalam corong dan mendinginkan campuran hingga terbentuk dua lapisan.
7. Memisahkan lapisan atas (biodiesel) dari lapisan bawah (gliserol)
8. Mencuci biodiesel dengan menambahkan aquades 40°C sebanyak 20 mL.
9. Memisahkan biodiesel dengan air bersama pengotor. Pencucian ini dilakukan sebanyak 3 kali.
10. Memanaskan biodiesel selama 1 jam di dalam oven dengan suhu 110°C.

III.2.2 Tahap Analisa

Analisa yang dilakukan untuk menguji kualitas biodiesel yang dihasilkan antara lain,

a. Uji Densitas (untuk semua variabel)

- Peralatan
 - Piknometer 5 ml
 - Neraca analitik
- Pelaksanaan
 - Membersihkan dan mengeringkan piknometer.
 - Menimbang berat piknometer dan mencatat berat kosongnya

- Mengisi piknometer dengan FAME hingga penuh dan menimbang beratnya.
 - Membersihkan sisa tumpahan sampel yang ada di bagian luar piknometer
 - Menghitung selisih berat antara berat piknometer + biodiesel dengan berat piknometer kosong.
 - Mencatat hasil uji densitas.
- b. Uji Viskositas (untuk semua variabel)
- Peralatan
 - Viskometer *ostwald*
 - Karet penghisap
 - Gelas ukur 10 ml
 - *Stopwatch*
 - Pelaksanaan
 - Merendam viskometer dalam *waterbath* pada suhu 40°C
 - Memasukkan sampel FAME sebanyak 7 ml ke dalam viskometer *oswald*.
 - Mendinginkan sampel FAME selama 30 menit dengan suhu dalam *waterbath* dijaga tetap 40°C
 - Menghisap sampel melalui pipa kapiler sampai batas a dari alat
 - Menutup bagian ujung pipa agar permukaan sampel tetap berada di atas batas a
 - Membuka penutup bagian ujung pipa hingga sampel turun sampai batas b dan mencatat waktu yang diperlukan sampel untuk turun sampai batas b sebagai t sampel (dalam detik)
 - Menghitung viskositas sampel dengan persamaan:

$$\mu = t \times \text{faktor tube (dalam satuan centistoke)}$$
 - Hasil uji viskositas 40°C, dengan satuan Centistoke
- c. Uji FFA (untuk variabel terbaik dari masing-masing katalis)
- Peralatan
 - Buret 25 ml
 - Sampel 2 gram
 - Pipet tetes

- Etanol 25 ml
- Erlenmeyer
- KOH 0,1 N
- Indikator PP
- Pelaksanaan
 - Mengambil 25 mL etanol dan menetralkan dengan KOH 0,1 N.
 - Menimbang 2 gram biodiesel.
 - Melarutkan biodiesel ke dalam etanol disertai pemanasan hingga 50 °C.
 - Menitrasi larutan dengan larutan KOH 0,1 N

III.3 Kondisi Operasi dan Variabel Percobaan

Kondisi operasi yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut :

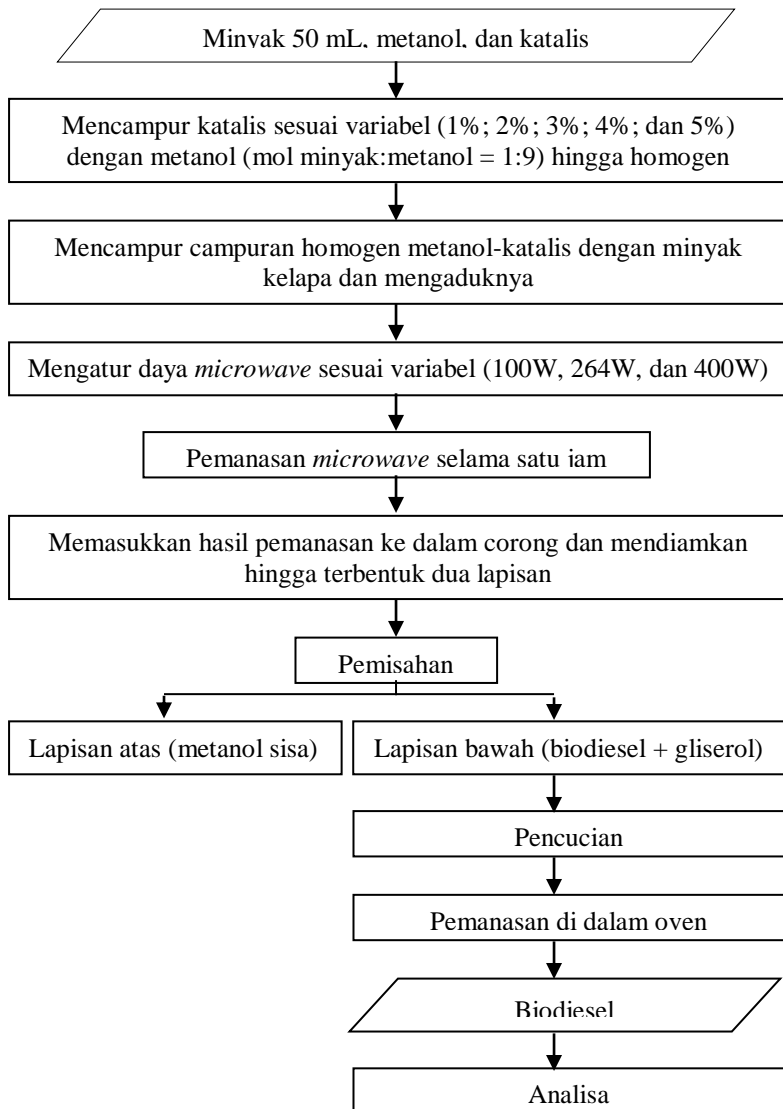
- Tekanan atmosferik
- Rasio minyak kelapa dan metanol 1:9 (mol)
- Waktu reaksi 1 jam.

Variabel yang digunakan dalam penelitian ini ada 3 jenis, yaitu daya *microwave*, jenis katalis, dan konsentrasi katalis dalam minyak kelapa. Variabel tiap jenisnya adalah sebagai berikut:

- a. Katalis H_3PO_4 (1% , 2% ,dan 3%, 4% dan 5% berat minyak kelapa)
- b. Katalis H_2SO_4 (1% , 2% ,dan 3%, 4% dan 5% berat minyak kelapa)
- c. Daya *microwave* (100, 264, dan 400 watt)
- d. Waktu : 1 jam, 2 jam, 3 jam, 4 jam, 5 jam dan 6 jam untuk variabel H_2SO_4 terbaik.

III.4 Skema Penelitian

Pembuatan Biodiesel dapat digambarkan dalam skema sebagai berikut:



Gambar III.2 Diagram alir prosedur percobaan

III.5 Analisa Data

Biodiesel yang diperoleh dari reaksi trans-esterifikasi minyak kelapa dianalisa dengan beberapa pengukuran untuk mengetahui kadar dan kualitas. Parameter yang diukur adalah sebagai berikut:

1. Kadar

$$\ln \mu_{\text{FAME}} = x_1 \ln \mu_1 + x_2 \ln \mu_2 \quad (\text{Tesfa, et.al, 2010})$$

2. % FFA

$$\% \text{ FFA biodiesel} = \frac{V_{\text{KOH}} \times M_{\text{KOH}} \times \text{BM}_{\text{asam lemak}} \times 100\%}{m_{\text{sampel}} \times 1000}$$

3. Densitas

$$\rho = \frac{m_{\text{sampel}}}{V_{\text{sampel}}}$$

4. Viskositas

$$\text{Viskositas} = \text{waktu pengukuran} \times \text{faktor koreksi}$$

Untuk menganalisis pengaruh variabel terhadap parameter yang diuji maka dilakukan *ploting* data antara:

1. Daya terhadap viskositas
2. Persen katalis terhadap viskositas
3. Daya terhadap densitas
4. Persen katalis terhadap densitas
5. Daya terhadap *yield* biodiesel
6. Persen katalis terhadap *yield* biodiesel
7. Waktu terhadap *yield*

BAB IV

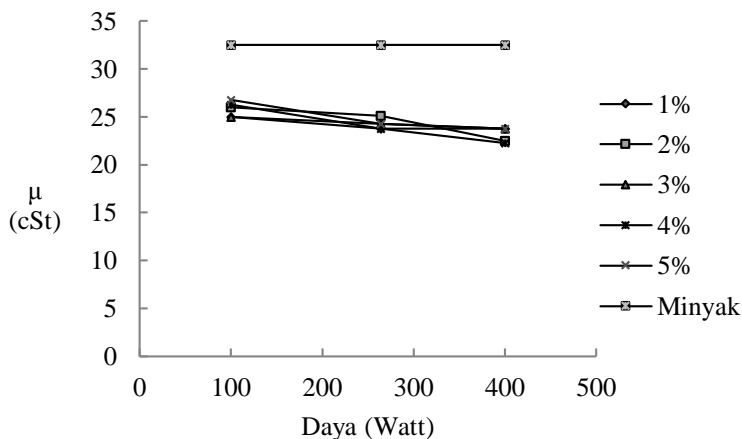
PEMBAHASAN

Pembuatan biodiesel dari minyak menggunakan gelombang mikro telah dilakukan dengan tiga variabel. Penelitian dilakukan pada tekanan atmosferik dengan rasio mol minyak : mol metanol sebesar 1:9. Tiga variabel yang digunakan adalah jenis katalis, persen katalis dan daya *microwave*. Jenis katalis yang digunakan adalah H_3PO_4 dan H_2SO_4 dengan variasi persen katalis sebesar 1%, 2%, 3 %, 4% dan 5% per berat minyak kelapa. Variasi daya yang digunakan yaitu 100 Watt, 264 Watt dan 400 Watt. Adanya variasi variabel tersebut pengaruh dari ketiga untuk mengetahui pengaruh variabel terhadap *yield* biodiesel.

Pada penelitian ini dilakukan pula analisa awal minyak kelapa untuk mengetahui data fisis minyak kelapa. Didapatkan densitas minyak kelapa adalah sebesar 0,913 g/mL, viskositas minyak kelapa 32,5 cSt dan % FFA minyak kelapa sebesar 0,1242. Hasil penelitian yang telah dilakukan akan dibahas lebih lanjut dalam bab ini.

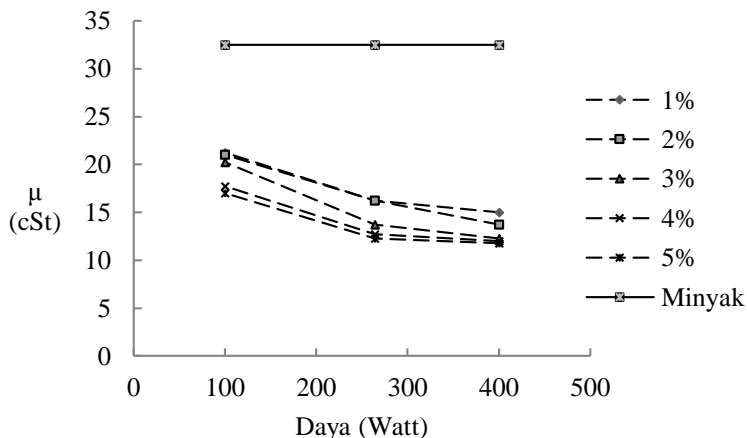
IV.1 Pengaruh Daya *Microwave* terhadap Viskositas FAME

Minyak kelapa mempunyai viskositas kinematik yang cukup tinggi yaitu sebesar 32,5 cSt. Proses esterifikasi antara minyak kelapa dengan metanol akan menghasilkan *Fatty Acid Methyl Ester* (FAME) yang memiliki viskositas yang rendah. Dari hasil pengukuran, viskositas FAME dari hasil reaksi dengan bantuan katalis asam lebih rendah dibandingkan dengan viskositas awal minyak kelapa. Penurunan viskositas dapat dilihat di gambar IV.1 dan gambar IV.2.



Gambar IV.1 Grafik hubungan daya dengan viskositas FAME (katalis H_3PO_4)

Gambar IV.1 menunjukkan pengaruh daya *microwave* saat proses trans-esterifikasi terhadap viskositas hasil biodiesel pada berbagai variasi persen katalis H_3PO_4 . Viskositas FAME dengan daya 100 Watt lebih besar dibandingkan dengan viskositas FAME dengan daya 264 Watt dan 400 Watt. Misalnya, untuk reaksi dengan persen katalis sebesar 5% dengan daya 100 Watt, viskositas yang dihasilkan sebesar 26,75 cSt, sedangkan pada daya 264 Watt viskositas yang dihasilkan sebesar 24,25 cSt. Viskositas FAME dengan daya 400 Watt mempunyai viskositas sebesar 23,75 cSt. Dari grafik tersebut, dapat diketahui semakin besar daya *microwave* yang digunakan maka viskositas FAME yang dihasilkan semakin rendah. Dari hasil perhitungan, dapat diketahui penggunaan H_3PO_4 sebagai katalis mampu menurunkan viskositas sebesar 25%.



Gambar IV.2 Grafik hubungan daya dengan viskositas FAME (katalis H_2SO_4)

Gambar IV.2 adalah grafik viskositas produk hasil reaksi antara reaksi antara minyak kelapa dengan metanol dengan bantuin katalis H_2SO_4 . Dari gambar tersebut, dapat diketahui viskositas pada proses reaksi dengan daya 100 Watt lebih besar dibandingkan viskositas pada 264 Watt. Viskositas pada reaksi dengan daya 264 Watt lebih besar dibandingkan dengan viskositas hasil reaksi dengan daya 400 Watt. Misalnya, untuk reaksi dengan persen katalis sebesar 5% dengan daya 100 Watt, viskositas yang dihasilkan sebesar 17 cSt, sedangkan pada daya 264 Watt viskositas yang dihasilkan sebesar 12,25 cSt. Viskositas produk dengan daya 400 Watt mempunyai viskositas sebesar 11,75 cSt. Dari grafik tersebut, dapat disimpulkan bahwa bahwa semakin besar daya, viskositas FAME yang dihasilkan akan semakin rendah. Penggunaan katalis H_2SO_4 mampu menurunkan viskositas sebesar 50%.

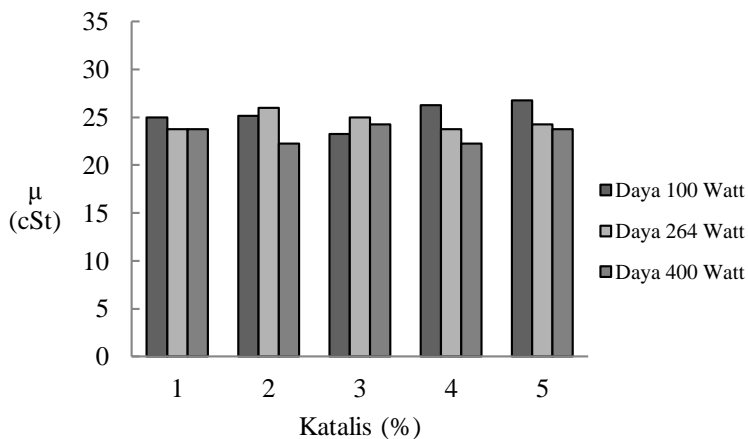
Penurunan viskositas ini disebabkan karena semakin besar daya yang digunakan akan memberikan efek *thermal* yang besar pula yang ditandai dengan peningkatan suhu yang sangat cepat. Reaktan yang telah terkonversi menjadi biodiesel dan

gliserol akan mengalami reaksi lanjut seiring peningkatan tekanan dan peningkatan suhu (Refaat dan Sheltway, 2008).

Sedangkan menurut Leung, et.al, (2006) suhu memberikan pengaruh pada proses reaksi dan *yield* FAME. Suhu yang lebih tinggi dapat mengurangi viskositas minyak, meningkatkan laju reaksi dan menurunkan waktu reaksi, Meskipun demikian, ketika peningkatan suhu reaksi melebihi titik optimal justru akan mengakibatkan berkurangnya produk biodiesel. Suhu reaksi seharusnya tidak lebih dari titik didih dari alkohol untuk menjaga alkohol tidak menguap. (Eevera, et. al, 2009). Walaupun telah mengalami penurunan viskositas tetapi viskositas FAME tersebut belum sesuai dengan standar mutu biodiesel. Standar SNI biodiesel adalah sebesar 2-6 cSt.

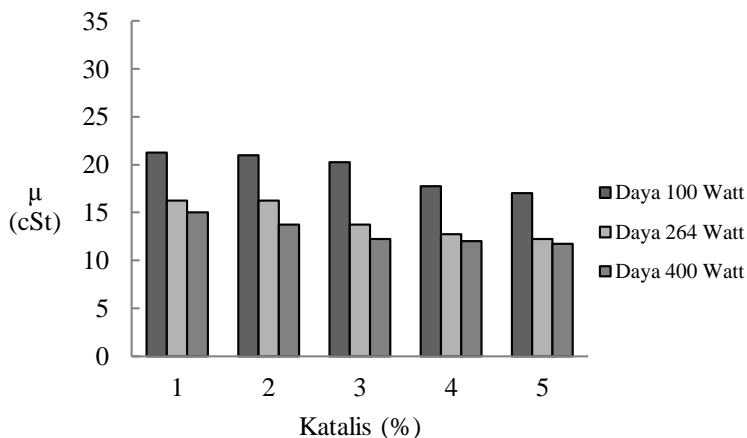
IV.2 Pengaruh Konsentrasi Katalis terhadap Viskositas Produk

Gambar IV.3 dan gambar IV.4 adalah grafik yang menunjukkan hubungan antara persen katalis yang digunakan dengan viskositas pada setiap daya. Pada penggunaan H_3PO_4 sebagai katalis, jumlah katalis tidak memberikan pengaruh yang signifikan terhadap viskositas biodiesel. Berikut adalah grafik batang dari hubungan konsentrasi viskositas FAME.



Gambar IV.3 Grafik hubungan persen katalis H_3PO_4 dengan viskositas FAME

Dari gambar IV.3 dapat diketahui bahwa penambahan katalis belum tentu akan menurunkan viskositas. Misalnya, pada penggunaan daya 100 Watt dengan konsentrasi katalis 1%, FAME yang dihasilkan mempunyai viskosita 25 cSt. Pada penggunaan konsentrasi katalis 2% dan 3%, viskositas FAME yang dihasilkan masing-masing sebesar 25,13 cSt dan 23,25 cSt.



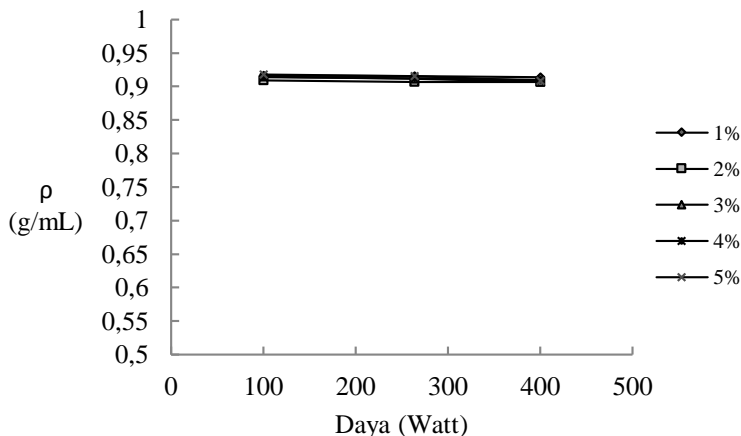
Gambar IV.4 Grafik hubungan persen katalis H_2SO_4 dengan viskositas FAME

Sedangkan untuk penggunaan katalis H_2SO_4 memiliki pola yang cukup jelas. Semakin tinggi persen katalis yang digunakan maka viskositas produk cenderung semakin rendah. Misalnya pada penggunaan daya 100 Watt. Pada reaksi yang menggunakan konsentrasi katalis 1%, FAME yang dihasilkan mempunyai viskositas sebesar 21,25 cSt. Untuk konsentrasi 2%, 3%, 4% dan 5% berturut-turut adalah 21 cSt, 20,25 cSt, 17,75 cSt dan 17 cSt. Dari grafik di atas juga dapat diketahui bahwa penggunaan katalis 5% menghasilkan viskositas yang paling rendah dibandingkan dengan variabel persen katalis yang lain. Jika dibandingkan ketiga daya yang digunakan, daya 400 Watt dengan konsentrasi katalis H_2SO_4 5% menghasilkan viskositas FAME yang paling baik yaitu sebesar 15 cSt.

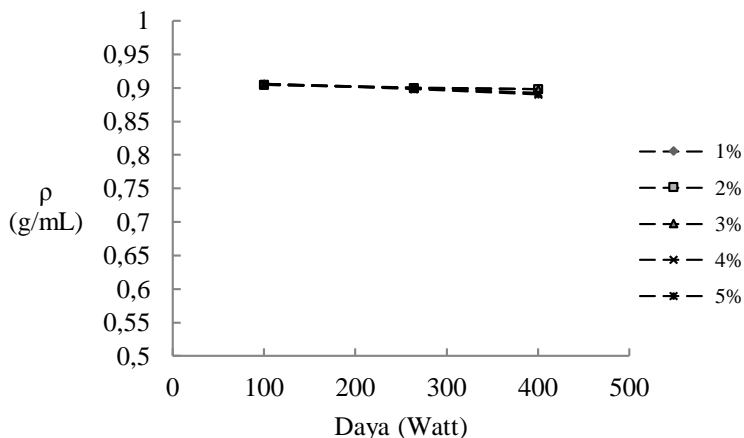
IV.3 Pengaruh Daya *Microwave* terhadap Densitas FAME

Salah satu parameter fisis lain biodiesel yang juga perlu diperhatikan adalah densitas biodiesel. Densitas adalah perbandingan jumlah massa suatu zat terhadap volumenya pada suhu tertentu. Menurut standar SNI, densitas biodiesel adalah 0,85-

0,89 g/mL. Pada penelitian ini, densitas diukur dengan bantuan piknometer yang telah dikalibrasi dengan aquades pada suhu ruang. Berikut ini adalah grafik hubungan antara daya microwave terhadap densitas biodiesel dengan rasio mol minyak terhadap mol methanol dengan bantuan katalis H_3PO_4 dan H_2SO_4 .



Gambar IV.5 Grafik hubungan daya dengan densitas (katalis H_3PO_4)



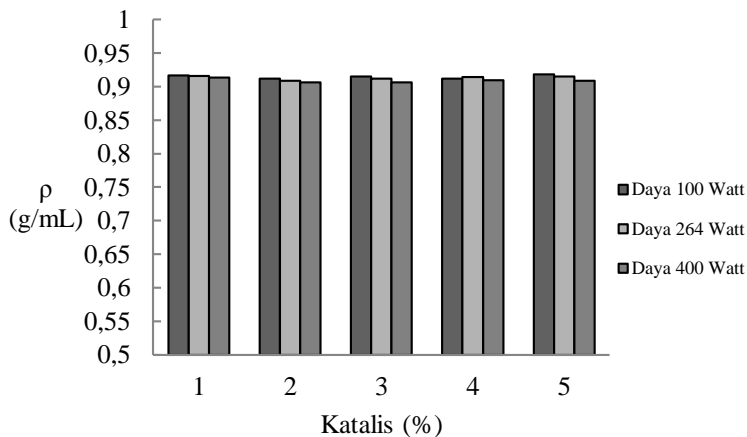
Gambar IV.6 Grafik hubungan daya dengan densitas pada (katalis H_2SO_4)

Grafik IV.5 adalah grafik hubungan daya dengan densitas FAME yang menggunakan katalis H_3PO_4 . Sedangkan grafik IV.6 adalah grafik hubungan daya dengan densitas FAME yang menggunakan katalis H_2SO_4 . Dari kedua grafik tersebut diketahui bahwa terjadi penurunan densitas seiring dengan meningkatnya daya *microwave* yang digunakan. Tetapi terdapat beberapa titik, densitas FAME yang lebih tinggi dibanding densitas minyak kelapa.

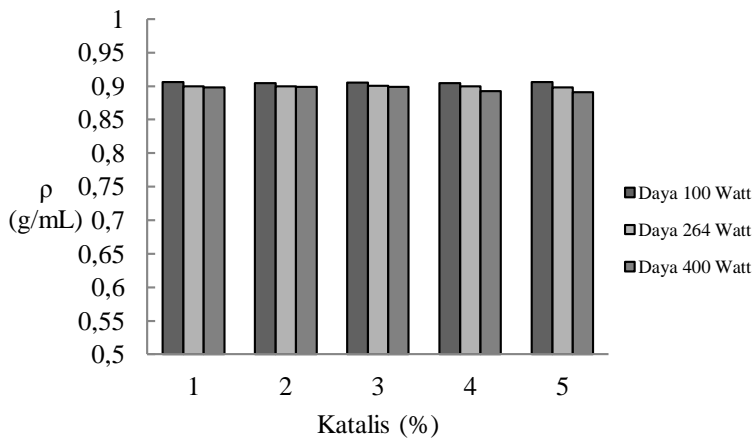
Jika dibandingkan dengan standar SNI, maka FAME yang menggunakan katalis H_3PO_4 masih berada di atas standar SNI. Sedangkan pada penggunaan H_2SO_4 sebagai katalis, FAME yang dihasilkan dengan daya 400 Watt telah memenuhi standar SNI.

IV.4 Pengaruh Konsentrasi Katalis terhadap Densitas FAME

Hubungan antara konsentrasi katalis dengan densitas FAME dapat dihubungkan dalam grafik berikut :



Gambar IV.7 Grafik hubungan konsentrasi katalis H_3PO_4 dengan densitas FAME



Gambar IV.8 Grafik hubungan konsentrasi katalis H_2SO_4 dengan densitas FAME

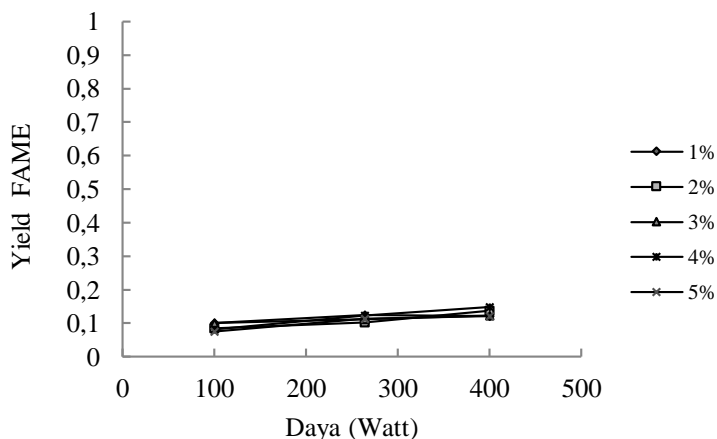
Pada gambar IV.7 dapat diketahui bahwa tidak terlihat terdapat perubahan pada penggunaan katalis. Dari grafik tersebut

dapat disimpulkan bahwa konsentrasi katalis yang digunakan pada daya yang sama tidak memberikan pengaruh yang signifikan pada perubahan densitas.

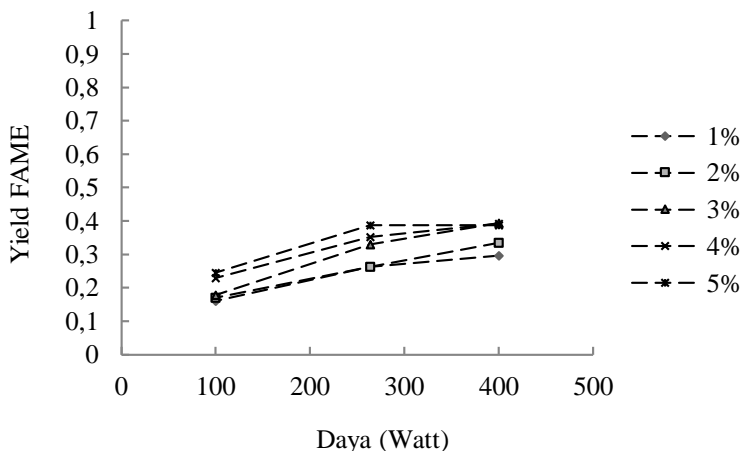
Grafik IV.8 menunjukkan terdapat tren penurunan densitas seiring dengan bertambahnya konsentrasi katalis yang digunakan. Tren yang paling bagus terlihat pada penggunaan daya 400 Watt. Semakin tinggi konsentrasi katalis yang digunakan, densitas produk mengalami penurunan. Untuk setiap konsentrasi katalis dengan daya 400 Watt menghasilkan FAME yang masuk ke dalam *range* SNI.

IV.5 Pengaruh Daya *Microwave* terhadap *Yield* FAME

Yield biodiesel merupakan perbandingan antara massa biodiesel yang dihasilkan (produk) dengan massa minyak kelapa awal. Perhitungan *yield* biodiesel berdasarkan hubungan viskositas minyak kelapa, viskositas FAME dan viskositas biodiesel standar. Sehingga grafik yang diperoleh memiliki kemiripan pola dengan gambar IV.1 dan gambar IV.2



Gambar IV.9 Grafik hubungan daya dengan *yield* (katalis H_3PO_4)



Gambar IV.10 Grafik hubungan daya dengan *yield* (katalis H_2SO_4)

Gambar IV.9 dan gambar IV.10 merupakan grafik pengaruh daya terhadap *yield* produk dengan penggunaan katalis H_3PO_4 dan H_2SO_4 pada variasi persen katalis. Dari hasil perhitungan diperoleh *yield* pada daya 100 W lebih rendah dibandingkan dengan *yield* daya 264 Watt. Sedangkan *yield* pada 264 Watt juga lebih rendah dibandingkan dengan *yield* pada daya 400 Watt.

Pada percobaan ini daya 400 Watt memberikan pengaruh yang paling baik terhadap *yield* yang dihasilkan. Apabila ditinjau dari kenaikan *yield* FAME terhadap kenaikan daya *microwave*, didapatkan perubahan paling signifikan pada variabel konsentrasi katalis H_3PO_4 4% yakni sebesar 81% (*yield* pada daya 100 Watt sebesar 0,08 dan *yield* pada 400 Watt sebesar 0,15). Sedangkan untuk penggunaan katalis H_2SO_4 , perubahan yang paling signifikan terjadi pada variabel konsentrasi katalis 3% yakni sebesar 120% (*yield* pada 100 Watt sebesar 0,18 dan *yield* pada 400 Watt sebesar 0,39).

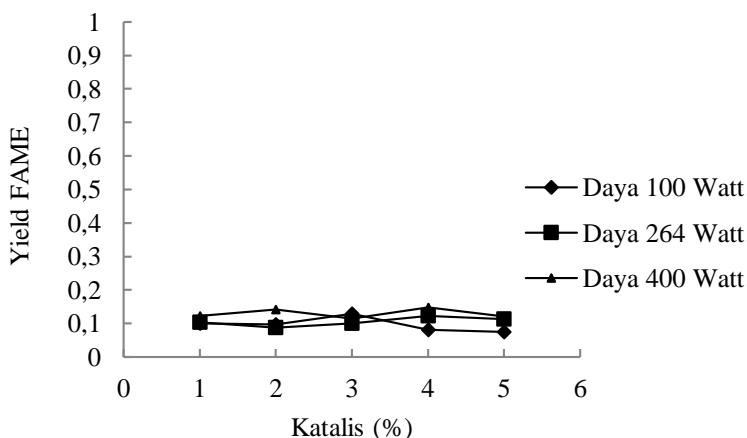
Sehingga dapat disimpulkan bahwa penggunaan besaran daya memberikan pengaruh terhadap *yield* FAME. Semakin

tinggi daya yang digunakan, *yield* yang dihasilkan semakin tinggi. Peningkatan daya memberikan efek *thermal* yang ditandai dengan adanya kenaikan suhu dan kenaikan *yield*. Hasil percobaan ini mendukung dengan penelitian sebelumnya yang mengatakan bahwa variabel daya berpengaruh terhadap *yield* yang dihasilkan (Quitain, et.al, 2010).

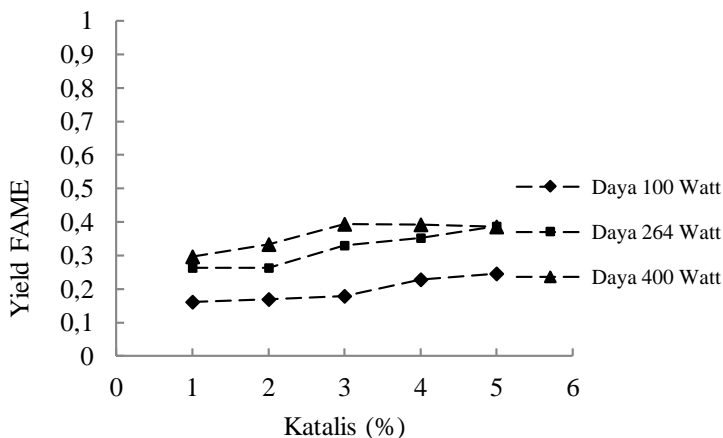
Kenaikan suhu akan mengakibatkan gerakan molekul dari reaktan semakin meningkat atau dengan kata lain tumbukan molekul partikel reaktan ini semakin cepat. Peningkatan suhu akan meningkatkan probabilitas molekul dengan energi aktivasi yang sama atau lebih tinggi dari energi aktivasi. (Panchekov, et. al. 1976). Sehingga menyebabkan reaksi akan semakin meningkat dan konversi reaktan menjadi produk semakin besar.

IV. 6 Pengaruh Konsentrasi Katalis terhadap *Yield* FAME

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, diperoleh hubungan antara *yield* FAME dengan konsentrasi katalis. Data penelitian ditampilkan dalam grafik sebagai berikut:



Gambar IV.11 Pengaruh konsentrasi katalis H_3PO_4 terhadap *yield*



Gambar IV.12 Pengaruh konsentrasi katalis H_2SO_4 terhadap *yield*

Terlihat perbedaan tren grafik pada grafik IV.11 dan grafik IV.12. Dari grafik IV.11 tidak terlihat tren yang sama pada persen katalis yang sama dan daya yang sama. Pada daya 400 Watt, *yield* produk yang paling tinggi dihasilkan dengan penggunaan 4% katalis H_3PO_4 . Pada daya 264 Watt, *yield* FAME yang paling tinggi dihasilkan dengan penggunaan 4% katalis H_3PO_4 . Pada daya 100 Watt, *yield* produk yang paling rendah dihasilkan dengan penggunaan 3% katalis H_3PO_4 .

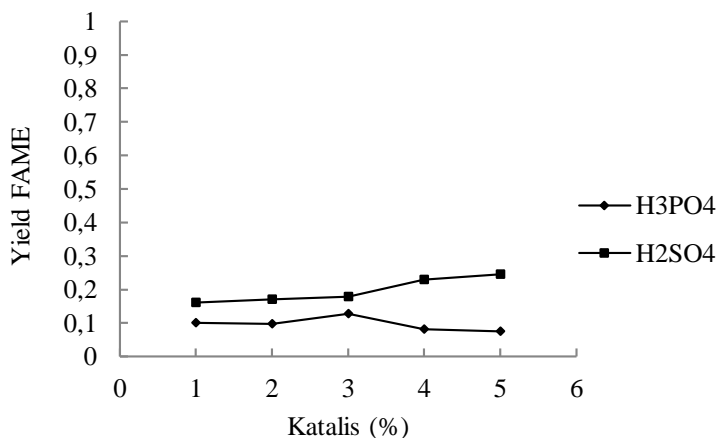
Sedangkan grafik IV.12 memiliki pola data yang cukup jelas. Semakin tinggi persen katalis yang digunakan, maka *yield* produk juga semakin tinggi. Jika dibandingkan antara seluruh variabel penelitian, daya 400 Watt dengan konsentrasi katalis 5% H_2SO_4 menghasilkan *yield* yang paling tinggi sebesar 0,39. Hasil penelitian pada pembuatan biodiesel dengan katalis H_2SO_4 , sesuai dengan penelitian sebelumnya yang mengatakan bahwa semakin besar katalis yang digunakan, maka semakin besar *yield* produk yang dihasilkan. (Yaakob, et.al ,2008).

Penambahan jumlah katalis dalam reaksi akan mempengaruhi laju reaksi atau serangan nukleofilik yang

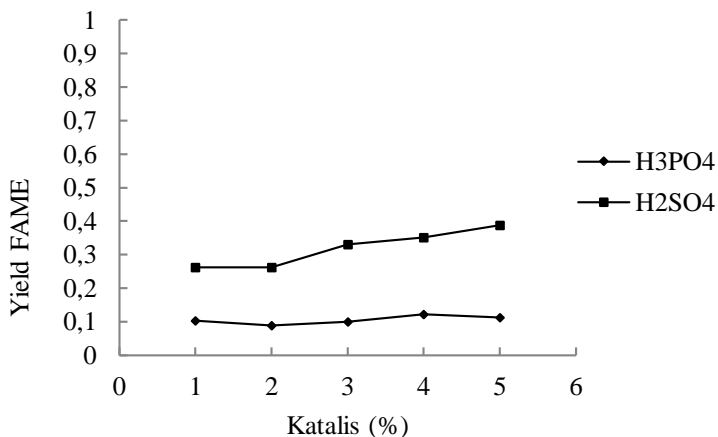
merupakan satu tahapan reaksi trans-esterifikasi yang penting dalam membentuk metil ester. Persamaan laju reaksi didefinisikan dalam bentuk konsentrasi reaktan, sering dengan bertambahnya konsentrasi maka naik pula kecepatan reaksinya. Artinya semakin tinggi konsentrasi maka semakin banyak molekul reaktan yang tersedia dengan demikian kemungkinan bertumbukan akan semakin banyak juga sehingga kecepatan reaksi meningkat. Jadi semakin tinggi konsentrasi, semakin cepat pula laju reaksinya.

IV.7 Pengaruh Jenis Katalis terhadap *Yield* FAME

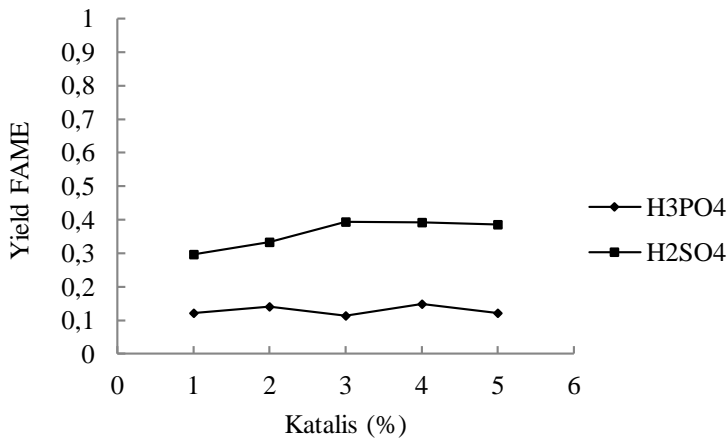
Pada penelitian ini terdapat dua jenis katalis yang digunakan yaitu katalis H_3PO_4 dan H_2SO_4 . Dari hasil perhitungan diketahui bahwa setiap katalis menunjukkan hasil yang berbeda. Berikut adalah grafik hubungan antara konsentrasi katalis dengan *yield* FAME pada setiap daya.



Gambar IV.13 Pengaruh konsentrasi katalis terhadap *yield* FAME pada daya 100 Watt



Gambar IV.14 Pengaruh konsentrasi katalis terhadap *yield* FAME pada daya 264 Watt



Gambar IV.15 Pengaruh konsentrasi katalis terhadap *yield* FAME pada daya 400 Watt

Gambar IV.13, gambar IV.14 dan gambar IV.15 adalah grafik yang menunjukkan hubungan antara konsentrasi katalis

dengan *yield*. Dari ketiga grafik di atas dapat diketahui bahwa pemanfaatan katalis H_2SO_4 dalam reaksi trans-esterifikasi menghasilkan *yield* yang lebih tinggi dibandingkan dengan menggunakan katalis H_3PO_4 . Misalnya, pada penggunaan daya 100 Watt dengan konsentrasi katalis 1%, diperoleh *yield* FAME (katalis H_3PO_4) sebesar 0,1% sedangkan *yield* FAME (katalis H_2SO_4) sebesar 0,16. Dari hasil perhitungan diketahui kenaikan *yield* sebesar 59%.

Berdasarkan perhitungan yang dilakukan, kenaikan signifikan terjadi pada kondisi operasi 400 Watt dengan konsentrasi katalis 3% yakni sebesar 244%. Pada kondisi tersebut, penggunaan H_3PO_4 sebagai katalis mampu menghasilkan *yield* 0,11 sedangkan pada penggunaan H_2SO_4 , *yield* yang dihasilkan sebesar 0,39.

Menurut Canakci, et. al (1994) secara umum, ada tiga jenis katalis yang dapat digunakan dalam reaksi trans-esterifikasi pembuatan biodiesel yakni asam, basa dan enzim. Katalis enzim tidak lazim dipakai karena harganya yang relatif mahal dibanding dengan katalis asam dan katalis basa. Jenis katalis asam yang umumnya dipakai adalah asam sulfat, asam fosfat, asam klorida dan asam organik.

Tabel IV.1 Merupakan tabel perbandingan *yield* yang dihasilkan dari proses trans-esterifikasi dengan menggunakan katalis asam dan katalis basa. Katalis basa yang dibandingkan adalah katalis basa heterogen yakni CaO sedangkan katalis asam adalah katalis asam sulfat dan asam fosfat. Dari tabel tersebut dapat diketahui bahwa *yield* pada penggunaan katalis basa dalam waktu operasi yang sama lebih besar dibandingkan pada penggunaan katalis asam.

Tabel IV.1 Tabel perbandingan antara katalis basa dengan katalis asam (pada operasi 1 jam)

Konsentrasi Katalis (%)	Daya (Watt)	Yield (g FAME/g MK)		
		CaO ^[1]	Asam Sulfat ^[2]	Asam Fosfat ^[2]
1	100	0,40	0,16	0,10
	264	0,45	0,26	0,12
	400	0,54	0,30	0,12
2	100	0,74	0,17	0,08
	264	0,73	0,26	0,10
	400	0,69	0,33	0,13
3	100	0,73	0,18	0,10
	264	0,79	0,33	0,11
	400	0,80	0,39	0,12

Sumber : [1] Pradipta et.al, 2013;[2] Hasil penelitian

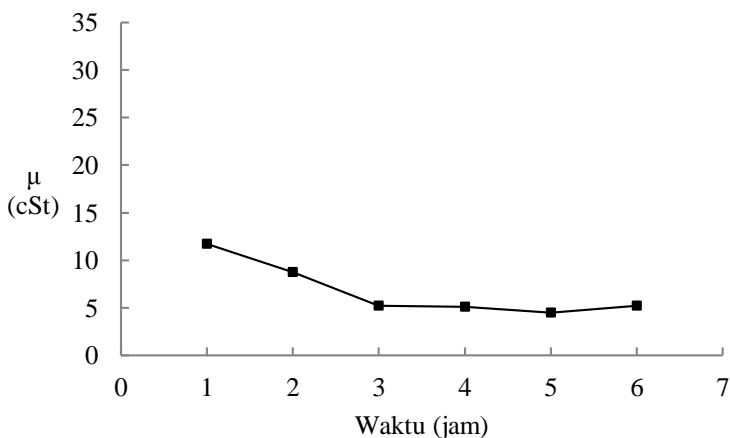
Katalis H_2SO_4 merupakan salah satu katalisator homogen positif. Disebut katalisator adalah zat yang dapat mengubah kecepatan reaksi. Asam sulfat (H_2SO_4) merupakan asam mineral (anorganik), karena itu katalis H_2SO_4 disebut katalis asam mineral. Katalis H_2SO_4 dalam reaksi trans-esterifikasi adalah katalisator positif karena berfungsi untuk mempercepat reaksi trans-esterifikasi yang berjalan lambat. H_2SO_4 juga merupakan katalisator homogen karena membentuk satu fase dengan pereaksi (fase cair).

Dibandingkan dengan H_3PO_4 , H_2SO_4 adalah asam pengoksidasi yang kuat. H_2SO_4 memiliki laju reaksi yang lebih tinggi dibandingkan dengan H_2SO_4 sehingga mampu menyerang atau memberikan pengaruh pada reaksi nukleofilik lebih besar.

Penambahan asam sulfat sebagai katalis untuk mempercepat kecepatan reaksi karena reaksi antara asam sulfat dengan air (proses esterifikasi menghasilkan etil asetat dan air) adalah reaksi eksoterm yang kuat. Air yang ditambahkan asam sulfat pekat akan mampu mendidih, sehingga suhu reaksinya akan

tinggi. Makin tinggi suhu reaksi, makin banyak molekul yang memiliki tenaga lebih besar atau sama dengan tenaga aktivasi, hingga makin cepat reaksinya. Katalis akan menyediakan rute agar reaksi berlangsung dengan energi aktivasi yang lebih rendah sehingga nilai konstanta kecepatan reaksi (k) akan semakin besar, sehingga kecepatan reaksinya juga semakin besar.

Dari hasil penelitian yang dilakukan, didapatkan variabel yang menghasilkan *yield* paling tinggi adalah daya 400 Watt dengan konsentrasi katalis H_2SO_4 5% yakni sebesar 39% dengan kadar biodiesel sebesar 40%. Selanjutnya dilakukan penelitian untuk mengetahui pengaruh waktu operasi terhadap *yield* FAME yang dihasilkan. Variabel waktu yang digunakan dimulai dari 1 jam hingga 6 jam. Berikut grafik hubungan waktu terhadap *yield* pada kondisi operasi daya 400 Watt dan H_2SO_4 5%

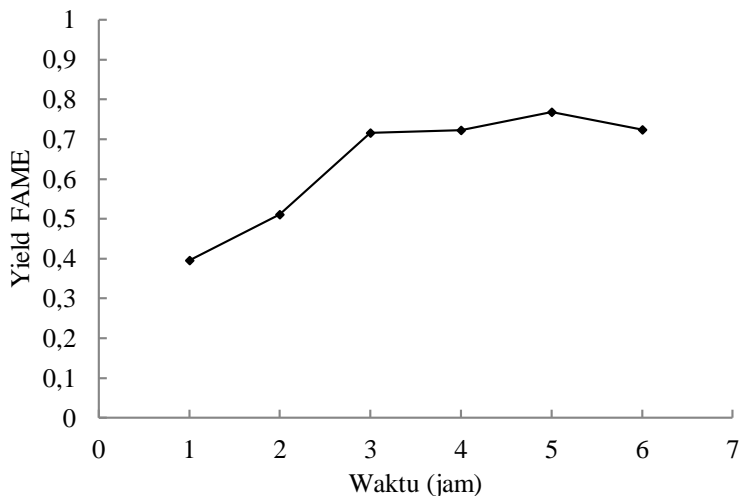


Gambar IV.16 Grafik hubungan waktu dengan viskositas FAME pada operasi 400 Watt dan 5% katalis H_2SO_4

Gambar IV.16 menunjukkan bahwa terjadi penurunan viskositas seiring dengan penambahan waktu reaksi trans-esterifikasi. Reaksi trans-esterifikasi dengan 5% katalis H_2SO_4 selama 1 jam mampu menurunkan viskositas sebesar 63,8%

menjadi 11,75 cSt. Pada penambahan reaksi trans-esterifikasi menjadi 2 jam, viskositas turun sebesar 73,1% menjadi 8,75 cSt atau menurun 14,4% dari viskositas FAME dengan 1 jam operasi. Pada reaksi selama 3 jam dan 4 jam, viskositas FAME yang dihasilkan sebesar 5,25 cSt dan 5,125 cSt. Viskositas FAME paling rendah diperoleh dari hasil reaksi selama 5 jam yakni sebesar 4,5 cSt. Sedangkan pada waktu operasi 6 jam, viskositas FAME kembali naik menjadi 5,25. Dari hasil ini, dapat disimpulkan bahwa waktu operasi yang paling optimum adalah selama 5 jam.

Gambar IV.17 menunjukkan bahwa terjadi penambahan konsentrasi *yield* seiring dengan penambahan waktu reaksi. Pada operasi selama 1 jam, *yield* FAME yang diperoleh 0,39. *Yield* FAME hasil reaksi selama 2 jam menghasilkan *yield* sebesar 0,51 atau mengalami kenaikan sebesar 29,4% dari *yield* hasil reaksi selama 1 jam. Pada operasi selama 3 jam, 4 jam, 5 jam dan 6 jam, *yield* yang dihasilkan berturut-turut adalah 0,72%, 72%, 75% dan 72%. Dari profil tersebut, dapat diketahui semakin lama waktu reaksi, *yield* yang dihasilkan semakin besar tetapi mengalami penurunan pada waktu reaksi selama 6 jam. Sehingga dapat disimpulkan bahwa waktu operasi yang optimum untuk menghasilkan *yield* optimum adalah selama 5 jam.



Gambar IV.17 Grafik hubungan waktu dengan *yield* FAME pada operasi 400 Watt dan 5% katalis H_2SO_4

Dalam proses reaksi trans-esterifikasi. Menurut, Freedman, et.al. (1984) laju konversi dari ester asam lemak meningkat seiring dengan waktu reaksi. Pada awal terjadinya reaksi, reaksi akan berlangsung lambat akibat dari pencampuran alkohol dengan minyak. Kemudian, reaksi akan berlangsung sangat cepat.

Menurut Leung, et. al. (2006) umumnya, dalam proses pembuatan biodiesel dengan menggunakan katalis basa, *yield* dapat dicapai pada waktu reaksi kurang dari 90 menit. Lebih dari itu, kelebihan waktu reaksi akan mereduksi jumlah produk akibat reaksi bergeser ke arah reaktan yang akan mengakibatkan berkurangnya ester (Ma F, et.al, 1998).

Pada penelitian ini katalis yang digunakan adalah katalis asam. Menurut Santacesaria, et. al (2012), katalis asam memberikan laju reaksi yang 4000 kali lebih lambat dibandingkan katalis basa. Pada kondisi operasi yang sama, katalis alkali jauh lebih cepat daripada katalis asam (Fredman, et.al, 1984). Alkali dapat memberikan perolehan yang tinggi untuk waktu reaksi

sekitar 1 jam, sedangkan asam baru memberikan perolehan yang tinggi setelah bereaksi selama 3 hingga 48 jam. Pada alkali perolehan ester akan memuaskan untuk perbandingan molar alkohol dan asam lemak 6:1 sedangkan asam baru memberikan perolehan ester yang memuaskan untuk perbandingan molar alkohol dan asam lemak 30:1.

Apabila dibandingkan dengan teori di atas, hasil dari penelitian ini dapat membuktikan bahwa pemanfaatan gelombang mikro dalam pembuatan biodiesel mampu mempercepat reaksi. Dengan memanfaatkan gelombang mikro, rasio mol minyak kelapa dengan alkohol yang dibutuhkan untuk menghasilkan *yield* FAME yang optimum adalah 1:9. Rasio ini jauh lebih kecil dibandingkan penelitian sebelumnya yakni sebesar 1:30.

IV.8 Pengaruh Penggunaan *Microwave*

Bart, et al, 2010 dalam *Biodiesel Science and Technology* menyebutkan ada enam faktor yang mempengaruhi proses reaksi trans-esterifikasi yakni, suhu reaksi, konsentrasi dan jenis katalis, pemilihan jenis alkohol, intensitas pengadukan, kemurnian reaktan dan ratio penggunaan alkohol. Dalam penelitian ini, suhu reaksi dipengaruhi oleh penggunaan *microwave*. Pemanasan dengan gelombang mikro mempunyai kelebihan yaitu pemanasannya lebih merata karena bukan mentransfer panas dari luar tetapi membangkitkan panas dari dalam bahan.

Tabel IV.2 Perbandingan penggunaan pemanasan konvensional dengan *microwave*

No	Jenis Minyak	Katalis	Rasio n minyak : n metanol	waktu (jam)	Yield (%)	Keterangan
1	Minyak Kedelai ^[1]	1% H_2SO_4	1:30	50	99	-
2	Minyak Dedak Padi ^[2]	1% H_2SO_4	1:12	8	72,5	-
3	<i>Acid Oil</i> (59,3% FFA) ^[3]	H_2SO_4	-	26	85	T = 338K ;P = 0,1 MPa
4	<i>Microalga Oil</i> ^[3]	H_2SO_4	-	14	63-68	T =338 K ; P = 0,1 MPa
5	<i>Vegetable Oil</i> ^[3]	H_2SO_4	1:50	4	97	T =353 K ; P = 0,4 MPa
6	Minyak Kelapa	5% H_2SO_4	1:9	5	75	Atmosferik
Keterangan : 1-5 : menggunakan pemanasan konvensional 6 : menggunakan gelombang mikro						
Sumber : [1] Freedman, et al, 1976 [2] Zulaikhah, et al, 2005 [3] Bart, et.al, 2010						

Dari tabel IV. 1 dapat dibandingkan hasil penelitian antara penggunaan pemanasan konvensional dengan pemanasan *microwave*. Hasil penelitian dari Freedman (1976) menunjukkan untuk menghasilkan biodiesel dengan *yield* 99% dari minyak kedelai dengan menggunakan katalis asam dibutuhkan waktu selama 50 jam. Sedangkan pada penelitian Zulaikhah, et. al., (2005), untuk menghasilkan biodiesel dengan *yield* 72,5% dibutuhkan waktu selama 8 jam dan rasio mol minyak terhadap mol metanol sebesar 1:12. Pada Penelitian Bart et. al, (2010)

dihasilkan *yield* biodiesel dari *vegetable oil* sebesar 97% dalam waktu 4 jam tetapi memerlukan tekanan yang cukup tinggi yakni sebesar 4 bar. Apabila dibandingkan dengan hasil penelitian pembuatan biodiesel dari minyak kelapa menggunakan microwave, *yield* sebesar 75% dihasilkan dalam waktu 5 jam dan penggunaan rasio mol minyak kelapa terhadap mol metanol sebesar 1:9.

Dari perbandingan ini dapat disimpulkan bahwa penggunaan *microwave* memberikan pengaruh terhadap penurunan waktu reaksi. Pada pemanasan konvensional, pemanasan berlangsung secara konduksi dan konveksi. Dinding reaktor dipanasi terlebih dahulu baru terjadi pemanasan pada solven. Pendistribusian panas di dinding reaktor selalu mengakibatkan perbedaan suhu antara dinding reaktor dan solven. Sedangkan pada pemanasan dengan *microwave*, pemanasan berlangsung secara radiasi. Panas hanya didistribusikan pada partikel dan solven, sehingga panas solven lebih merata. (Taylor, et. al. 2005). Sehingga, dengan demikian akan mengakibatkan reaksi esterifikasi lebih cepat.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

V.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang kami peroleh maka dapat disimpulkan bahwa:

1. Radiasi gelombang mikro (*microwave*) dan katalis asam dapat digunakan dalam proses pembuatan biodiesel dari minyak kelapa.
2. Daya memberikan pengaruh terhadap proses reaksi transesterifikasi. Semakin besar daya yang digunakan viskositas FAME yang dihasilkan semakin rendah. Semakin besar daya, *yield* yang dihasilkan juga semakin besar. Dalam penelitian ini, daya yang menghasilkan *yield* optimum adalah 400 Watt.
3. Konsentrasi katalis H_3PO_4 per berat minyak kelapa tidak memberikan pengaruh yang signifikan terhadap *yield* produk. Dari penelitian ini, FAME yang dihasilkan dengan kondisi operasi 400 Watt dengan konsentrasi katalis H_3PO_4 4% (w/w) menghasilkan *yield* paling tinggi sebesar 0,15.
4. Apabila dibandingkan antara H_3PO_4 dengan H_2SO_4 sebagai katalis, H_2SO_4 lebih baik digunakan sebagai katalis. Hal ini dapat dilihat dari penurunan viskositas rata-rata yang lebih tinggi yakni sebesar 50% dan *yield* yang dihasilkan mencapai 0,39 pada daya dan konsentrasi katalis yang sama.

V.2 Saran

Saran untuk penelitian selanjutnya :

1. Pembuatan biodiesel dengan menggunakan katalis asam homogen hendaknya menggunakan menggunakan asam kuat.
2. Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut mengenai waktu optimal untuk menghasilkan *yield* biodiesel yang optimal pada penggunaan katalis H_3PO_4 .
3. Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut untuk mengetahui daya optimal pada penggunaan katalis H_2SO_4 .

LAMPIRAN A CARA PERHITUNGAN

1) Perhitungan kebutuhan katalis :

$$\begin{aligned} \text{BM minyak kelapa} &= 618 \\ \rho \text{ minyak kelapa} &= 0,9130 \text{ g/mL} \\ \text{V minyak kelapa} &= 100 \text{ mL} \\ \text{Kebutuhan H}_3\text{PO}_4 &= \frac{\text{volume MK} \times \rho \text{ MK} \times \% \text{ katalis}}{100} \end{aligned}$$

Contoh perhitungan :

$$1\% \text{ H}_3\text{PO}_4 = \frac{50\text{mL} \times 0,91308 \text{ g/ml} \times 1}{100} = 0,4565 \text{ g}$$

2) Perhitungan kebutuhan metanol :

$$\begin{aligned} \text{BM metanol} &= 32 \\ \rho \text{ metanol} &= 0,784 \text{ g/ml} \\ \text{Kebutuhan metanol} &= \frac{\text{volume MK} \times \rho \text{ MK} \times \text{ratio metanol} \times \text{BM metanol}}{\text{BM MK} \times \rho \text{ metanol}} \end{aligned}$$

$$\text{Rasio 1:9} = \frac{50\text{mL} \times 0,9130 \times 9 \times 32}{618 \times 0,784} = 27,32 \text{ mL}$$

3) Perhitungan viskositas :

$$\text{Viskositas} = t \times k$$

dimana : t = waktu yang dibutuhkan sample dari titik a sampai b (detik)

k = faktor pengali dari viskometer yang digunakan (2,5)

Contoh perhitungan viskositas pada variabel daya 400 Watt, konsentrasi katalis H₃PO₄ 1%

Waktu (t) = 9,5 sekon

$$\text{Viskositas} = 9,5 \text{ sekon} \times 2,5 = 23,75 \text{ Cst}$$

Hasil perhitungan untuk variabel lain ditampilkan dalam tabel C.1 dan tabel C.3

4) Perhitungan densitas :

Kalibrasi volume piknometer

$$\text{Densitas } (\rho) = \frac{m_1 - m_2}{v}$$

dimana : m_1 = massa kosong piknometer (gram)
 m_2 = massa piknometer + sampel (gram)
 V = volume (5 mL)

Perhitungan volume piknometer

T aquades = 33°C

ρ aquades = 0,9946 g/mL

Massa piknometer kosong = 8,7262 g

Massa piknometer + aquades = 13,6958 g

Massa aquades = 13,6958 – 8,7262 = 4,9696 g

$$\text{Volume aquades} = \frac{m}{\rho} = \frac{4,9696}{0,9946} = 4,9963 \text{ mL}$$

Sehingga, V piknometer = 4,9963 mL

Perhitungan densitas

Contoh perhitungan pada konsentrasi variabel daya 100 Watt, konsentrasi katalis H_3PO_4 1% (w/w).

Massa piknometer kosong = 8,7160 g

Massa piknometer + FAME = 13,2939 g

Massa FAME = 4,5779 g

V FAME = V piknometer = 4,9963 mL

$$\rho = \frac{m}{v} = \frac{13,2939 - 8,7160}{4,9963} = 0,9064 \text{ gram/mL}$$

Hasil perhitungan untuk variabel lain ditampilkan dalam tabel C.1 dan C.3

5) Perhitungan %FFA

$$\bullet \text{ \% FFA} = \frac{V \text{ KOH} \times M \text{ KOH} \times \text{BM asam lemak}}{m \text{ sampel} \times 1000} \times 100\%$$

Dimana :

V KOH = Volume KOH yang dibutuhkan untuk titrasi (mL)

M KOH = Molaritas KOH (M)

BM asam lemak = Berat Molekul asam lemak

M sampel = massa sampel (g)

Contoh perhitungan % FFA pada minyak kelapa:

Molaritas KOH = 0,1 M

BM rata-rata = 212

Volume KOH untuk titrasi = 0,12 mL

Massa sampel = 2 gram

$$\% \text{ FFA} = \frac{0,12 \times 0,1 \times 212}{2 \times 1000} \times 100\% = 0,1272$$

6) Perhitungan kadar FAME :

Kadar FAME / biodiesel didapatkan dari persamaan viskositas

$$\ln \mu_{\text{FAME}} = x_1 \ln \mu_1 + x_2 \ln \mu_2 \quad (\text{Tesfa, et.al, 2010})$$

$$1 = x_1 + x_2$$

$$x_2 = \frac{\ln \mu_1 - \ln \mu_{\text{FAME}}}{\ln \mu_1 - \ln \mu_2}$$

dimana :

x_1 = fraksi minyak kelapa

x_2 = fraksi FAME

μ_{FAME} = viskositas hasil penelitian

μ_2 = viskositas biodiesel standar NaOH

Contoh perhitungan variabel daya 100 Watt dengan konsentrasi katalis H_3PO_4 1% (w/w).

$$\mu_1 = 32,5 \text{ cSt}$$

$$\mu_2 = 2,75 \text{ cSt}$$

$$\mu_{\text{FAME}} = 25 \text{ cSt}$$

$$\begin{aligned} \text{kadar} = x_2 \times 100\% &= \frac{\ln 32,5 - \ln 25}{\ln 32,5 - \ln 2,75} \times 100\% \\ &= 10,6\% \end{aligned}$$

Hasil perhitungan variabel lain ditampilkan dalam tabel C.2 dan tabel C.4.

7) Perhitungan yield

Massa FAME = Kadar FAME x massa produk

Contoh perhitungan variabel daya 100 Watt dengan konsentrasi katalis H_3PO_4 1% (w/w).

Kadar FAME = 10,6%

Massa Produk = 43,4058

Massa FAME = Kadar FAME x massa produk

Massa FAME = 10,6% x 43,4058 = 4,611 gram

$$\text{Yield} = \frac{\text{Massa FAME}}{\text{Massa minyak kelapa}}$$

$$\text{Yield} = \frac{4,1116 \text{ g FAME}}{45,65 \text{ g MK}} = 0,1 \frac{\text{g FAME}}{\text{g MK}}$$

Hasil perhitungan variabel lain ditampilkan dalam tabel C.2 dan tabel C.4

8) Perhitungan persentase penurunan viskositas pada semua pengaruh variabel

% Penurunan

$$= \frac{(\text{Viskositas variabel } (n) - \text{Viskositas variabel } (n+1))}{\text{Viskositas variabel } (n)} \times 100\%$$

Contoh Perhitungan : Penurunan viskositas biodiesel terhadap kenaikan daya *microwave* dari 100 Watt ke 264 Watt pada katalis dan konsentrasi katalis H_3PO_4 1%

Daya (Watt)	Viskositas (cSt)
100	25,00
264	23,75

$$\% \text{ Penurunan viskositas} = \frac{(25,00 - 23,75)}{25,00} \times 100\% = 5 \%$$

Hasil perhitungan untuk variabel lain ditampilkan dalam tabel C.5

9) Perhitungan persentase kenaikan *yield* pada semua pengaruh variabel

% Kenaikan

$$= \frac{(\text{Yield variabel } (n+1) - \text{Yield variabel } (n))}{\text{Yield variabel } (n)} \times 100\%$$

Contoh Perhitungan :

Kenaikan *yield* biodiesel terhadap kenaikan daya *microwave* dari 100 Watt ke 264 Watt pada katalis dan konsentrasi katalis H₃PO₄ 1%

Daya (Watt)	Yield $\frac{\text{g FAME}}{\text{g MK}}$
100	0,1
264	0,1

$$\% \text{ Penurunan} = \frac{(0,1 - 0,1)}{0} \times 100\%$$

= 0 % (tidak terjadi kenaikan)

Hasil perhitungan untuk variabel lain ditampilkan dalam tabel C.8

10) Perhitungan *Gas Chromatography* (GC)

Analisa GC digunakan untuk mengetahui bahwa biodiesel hasil penelitian memiliki kandungan biodiesel. Kurva hasil analisa dapat dilihat di Lampiran B.

Tabel B.1 Hasil Analisa *Gas Chromatography* (GC)

No	Berat (gram)		AREA								Ratio Area	BERAT		
	Sampel	BZ Alkohol	BZ Alkohol	U	U	U	U	U	Total	FAME		Terukur	Terhitung (gram)	Kadar (%)
				n k	n k	n k	n k	n k						
1	0,2231	0,2779	6.168.423,25	1	2	3	4	5	6.965.815,51	797.392,26	0,129	0,1749	0,0486	21,79
2	0,1699	0,2435	5.966.499,62						6.516.822,22	550.322,60	0,092	0,1248	0,0304	17,89

Keterangan :

1. BZ Alkhohol = Benzyl Alkhohol ; sebagai zat pembanding yang digunakan dalam analisa
2. Unk = Unknown ; Unk 1-5 adalah FAME
3. Sampel Nomer 1 adalah sampel Daya 400 Watt ; 5% H₂SO₄
4. Sampel Nomer 2 adalah sampel Daya 400 Watt ; 4% H₃PO₄
5. Berat sampel dari diperoleh dari penimbangan.
6. Luas area diperoleh dari kurva di Lampiran B

Misalnya untuk perhitungan Daya 400 Watt ; 5% H₂SO₄
(sampel 2)

$$\text{Luas Area BZ Alkhohol (A)} = 6.168.423,2500$$

$$\text{Luas Area Total (B)} = 6.965.815,51$$

$$\text{Luas FAME} = B - A = 797.392,26$$

$$\begin{aligned}\text{Ratio Area (y)} &= \frac{\text{Luas area FAME}}{\text{Luas area total}} \\ &= 0,129\end{aligned}$$

Persamaan dari kurva kalibrasi FAME (Lampiran B)

$$y = 0,739 \times \text{dengan } x = \text{berat terukur (gram)}$$

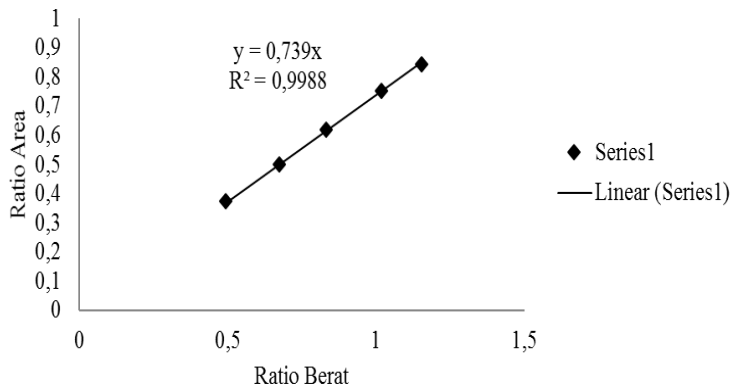
$$x = y/0,739 = 0,129/0,739 = 0,1749$$

$$\begin{aligned}\text{Berat terhitung} &= \text{berat terukur} \times \text{Luas area BZ Alkohol} \\ &= 0,1749 \times 6.168.423,25 \\ &= 0,0486\end{aligned}$$

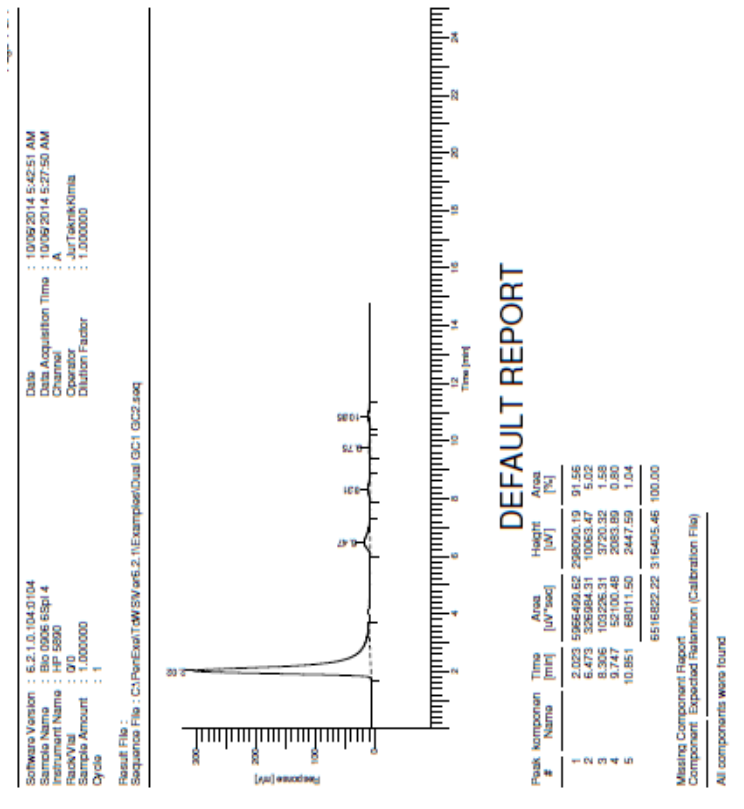
$$\begin{aligned}\text{Kadar FAME} &= \frac{\text{berat terhitung} \times 100\%}{\text{Berat sampel}} \\ &= \frac{0,0486 \times 100\%}{0,2231} \\ &= 21,76\%\end{aligned}$$

LAMPIRAN B HASIL ANALISA

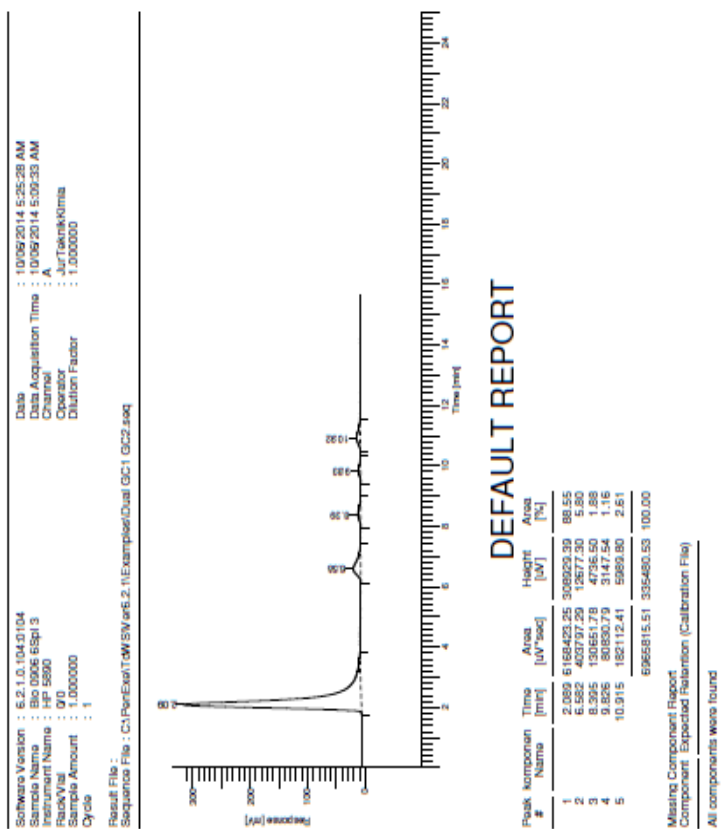
Analisa Gas Chromatography (GC)



Gambar B.1 Kurva kalibrasi FAME



**Gambar B.2 Hasil analisa GC variabel 5% H₂SO₄
Daya 400 Watt**



**Gambar B.3 Hasil analisa GC variabel 4% H_3PO_4
 Daya 400 Watt**

LAMPIRAN C

HASIL PERCOBAAN

Tabel C.1 Hasil perhitungan viskositas dan densitas

Jenis Katalis	Daya (Watt)	Konsentrasi Katalis (%)	t (detik)	k	Viskositas (k.t) (cSt)	Densitas (g/mL)
H ₃ PO ₄	100	1	8,50	2,5	21,25	0,9163
		2	8,40	2,5	21,00	0,9118
		3	8,10	2,5	20,25	0,9148
		4	7,10	2,5	17,75	0,9122
		5	6,80	2,5	17,00	0,9179
	264	1	9,50	2,5	23,75	0,9158
		2	10,40	2,5	26,00	0,9089
		3	10,00	2,5	25,00	0,9117
		4	9,50	2,5	23,75	0,9142
		5	9,70	2,5	24,25	0,9150
	400	1	10,00	2,5	25,00	0,9163
		2	10,05	2,5	25,13	0,9118
		3	9,30	2,5	23,25	0,9148
		4	10,50	2,5	26,25	0,9122
		5	10,70	2,5	26,75	0,9179
H ₂ SO ₄	100	1	8,50	2,5	21,25	0,9064
		2	8,40	2,5	21,00	0,9047
		3	8,10	2,5	20,25	0,9055
		4	7,10	2,5	17,75	0,9048
		5	6,80	2,5	17,00	0,9064
	264	1	6,50	2,5	16,25	0,8998
		2	6,50	2,5	16,25	0,8998
		3	5,50	2,5	13,75	0,9006
		4	5,10	2,5	12,75	0,8996
		5	4,90	2,5	12,25	0,8983
	400	1	6,00	2,5	15,00	0,8983
		2	5,50	2,5	13,75	0,8985
		3	4,90	2,5	12,25	0,8985
		4	4,80	2,5	12,00	0,8924

		5	4,70	2,5	11,75	0,8906
--	--	---	------	-----	-------	--------

Tabel C.2 Hasil perhitungan *yield* FAME

Jenis Katalis	Daya (Watt)	Konsentrasi Katalis (%)	Massa Produk (gram)	Kadar (%)	Massa FAME	<i>Yield</i> ($\frac{\text{g FAME}}{\text{g MK}}$)
H ₃ PO ₄	100	1	43,8334	10,62	4,61	0,10
		2	41,9625	10,42	4,46	0,10
		3	44,0118	13,56	5,86	0,13
		4	44,0356	8,65	3,74	0,08
		5	43,7855	7,88	3,42	0,07
	264	1	44,6271	10,62	4,74	0,10
		2	44,6071	9,04	4,03	0,09
		3	43,2332	10,62	4,59	0,10
		4	44,0123	12,70	5,59	0,12
		5	43,5588	11,86	5,16	0,11
	400	1	43,8334	12,70	5,57	0,12
		2	41,9625	15,34	6,44	0,14
		3	44,0118	11,86	5,22	0,11
		4	44,0356	15,34	6,76	0,15
		5	43,7855	12,70	5,56	0,12
H ₂ SO ₄	100	1	43,1715	16,10	7,35	0,16
		2	43,7520	17,01	7,76	0,17
		3	45,4255	17,87	8,16	0,18
		4	44,3936	22,88	10,44	0,23
		5	42,8254	24,55	11,21	0,25
	264	1	42,7583	26,29	12,00	0,26
		2	42,7583	26,29	12,00	0,26
		3	43,3169	33,05	15,09	0,33
		4	42,4082	35,20	16,07	0,35
		5	44,7632	38,74	17,69	0,39
	400	1	43,1715	29,61	13,52	0,30
		2	43,7520	33,38	15,24	0,33
		3	45,4255	39,31	17,95	0,39
		4	44,3936	39,23	17,91	0,39
		5	42,8254	38,65	17,64	0,39

Tabel C.3 Hasil perhitungan viskositas (400 Watt; 5% katalis H_2SO_4)

Jenis Katalis	Waktu (jam)	Konsentrasi Katalis (%)	t (detik)	k	Viskositas (k.t) (cSt)	Densitas (g/mL)
H_2SO_4	1	5	4,70	2,5	11,75	0,9150
	2	5	3,50	2,5	8,75	0,8955
	3	5	2,10	2,5	5,25	0,8949
	4	5	2,05	2,5	5,13	0,8833
	5	5	2,10	2,5	5,25	0,8731
	6	5	2,05	2,5	5,13	0,8788

Tabel C.4 Hasil perhitungan *yield* (400 Watt; 5% katalis H_2SO_4)

Jenis Katalis	Daya (Watt)	Konsentrasi Katalis (%)	Massa Produk (gram)	Kadar (%)	Massa FAME	<i>Yield</i> ($\frac{g \text{ FAME}}{g \text{ MK}}$)
H_2SO_4	400	5	43,7855	41,20	18,038	0,40
	400	5	43,9136	53,13	23,332	0,51
	400	5	44,3093	73,82	32,708	0,72
	400	5	44,1479	74,79	29,429	0,72
	400	5	43,7838	80,06	34,252	0,77
	400	5	44,7663	73,82	32,307	0,72

Tabel C.5 Penurunan viskositas terhadap daya *microwave*

Jenis Katalis	Konsentrasi Katalis (%)	% Penurunan (100 Watt - 264 Watt)	% Penurunan (264 Watt -400 Watt)	% Penurunan (100 Watt -400 Watt)
H_3PO_4	1	-5,00	0	-5,00
	2	3,48	-14,42	-11,44
	3	7,53	-3	4,3
	4	-9,52	-6,32	-15,24
	5	-9,35	-2,06	-11,21

H ₂ SO ₄	1	-23,53	-7,69	-29,41
	2	-22,62	-15,38	-34,52
	3	-32,10	-10,91	-39,51
	4	-28,17	-5,88	-32,39
	5	-27,94	-4,08	-30,88

Tabel C.6 Penurunan viskositas terhadap jenis katalis (dari H₃PO₄ ke H₂SO₄)

Daya (W)	Konsentrasi Katalis (%)	Penurunan (%)
100	1	-15,00
	2	-16,42
	3	-12,90
	4	-32,38
	5	-36,45
264	1	-31,58
	2	-37,50
	3	-45,00
	4	-46,32
	5	-49,48
400	1	-36,84
	2	-38,20
	3	-49,48
	4	-46,07
	5	-50,53

Tabel C.7 Persentase penurunan viskositas tiap kenaikan konsentrasi katalis

Katalis H ₃ PO ₄			
Kenaikan Katalis(%)	%Penurunan (Daya 100 W)	% Penurunan (Daya 264 W)	% Penurunan (Daya 400 W)
1% ke 2%	5,00	9,47	15,64
2% ke 3%	-3,48	13,96	-18,94
3% ke 4%	-7,53	21,7	29,46
4% ke 5%	9,52	-7,6	-17,69

Katalis H ₂ SO ₄			
1% ke 2%	5,65	0	12,75
2% ke 3%	5,05	25,72	17,77
3% ke 4%	28,05	6,5	-0,21
4% ke 5%	7,32	10,07	-1,49

Tabel C.8 Persentase kenaikan *yield* terhadap daya *microwave*

Katalis H ₃ PO ₄			
Konsentrasi Katalis (%)	% Kenaikan (100 Watt ke 264 Watt)	% Kenaikan (264 Watt -400 Watt)	% Kenaikan (100 Watt -400 Watt)
1	0	17,42	20,73
2	-9,57	59,73	44,45
3	-21,64	13,62	-10,97
4	49,62	20,86	80,84
5	51,05	7,67	62,64
Katalis H ₂ SO ₄			
1	63,29	12,63	83,91
2	54,55	26,98	96,26
3	84,97	18,95	120,03
4	53,84	11,46	71,47
5	57,77	-0,24	57,39

Tabel C.9 Persentase kenaikan *yield* berdasarkan jenis katalis (dari H₃PO₄ ke H₂SO₄)

Daya (W)	Konsentrasi Katalis (%)	Kenaikan <i>yield</i> (%)
100	1	59,38
	2	74,22
	3	39,16
	4	179,57
	5	227,84
264	1	153,13
	2	197,75
	3	228,5
	4	187,45
	5	242,42

400	1	142,79
	2	136,71
	3	243,91
	4	165,09
	5	217,25

Tabel C.10 Persentase kenaikan *yield* tiap kenaikan konsentrasi katalis

Katalis H_3PO_4			
Kenaikan Katalis dari	% Kenaikan (Daya 100 W)	% Kenaikan (Daya 264 W)	% Kenaikan (Daya 400 W)
1% ke 2%	-3,35	-14,99	15,64
2% ke 3%	31,52	13,96	-18,94
3% ke 4%	-36,26	21,7	29,46
4% ke 5%	-8,48	-7,6	-17,69
Katalis H_2SO_4			
1% ke 2%	5,65	0	12,75
2% ke 3%	5,05	25,72	17,77
3% ke 4%	28,05	6,5	-0,21
4% ke 5%	7,32	10,07	-1,49

RIWAYAT PENULIS



Nama :Jaharani

TTL : TanjungJabung, 26 September
1992

Email : **jaharani.9@gmail.com**

Penulis merupakan anak kedua dari tiga bersaudara/ Penulis menempuh pendidikan formal di SDN 2 Tawangrejo tahun 1998-2004, SMPN 4 Madiun tahun 2004-2007, SMKN 3 Madiun 2007-2010 dan tingkat sarjana di ITS jurusan Teknik Kimia tahun 2010-2014. Pada tahun

2014, penulis menyelesaikan Tugas Desain Pabrik *Pupuk NPK dengan metode Steam Granulation* dan penelitian berjudul *Pembuatan Biodiesel dari Minyak Kelapa dengan Katalis H_3PO_4 secara Batch dengan Menggunakan Gelombang Mikro*

Penulis merupakan salah satu penerima beasiswa Bidik Misi ITS pada periode 2010-2014. Selama menempuh pendidikan di ITS, penulis aktif sebagai kru ITS Online, *official web* ITS di bawah naungan Badan Komunikasi, Pengendalian dan Koordinasi Program (BKPKP). Dalam organisasi tersebut, penulis pernah menjadi reporter (2011-2013) redaktur (2013) dan Koordinator Liputan (2014). Penulis juga pernah aktif sebagai staf *Research and Technology Departement* (RnT) Himpunan Mahasiswa Teknik Kimia ITS. Penulis juga pernah aktif sebagai *Head of Education and Workshop* di *Society of Exploration Geophysicist Student Chapter ITS*.

RIWAYAT PENULIS



Nama : Nasichah

TTL : Surabaya, 27 Agustus 1992

Email : neng.sicha@gmail.com

Penulis merupakan anak terakhir dari delapan bersaudara. Penulis menempuh pendidikan formal di MI At-Tauhid Surabaya pada tahun 1998 – 2004, SMP An-Najiyah Surabaya pada tahun 2004 – 2007, SMA Negeri 10 Surabaya pada tahun 2007 – 2010, dan S1 Teknik Kimia FTI – ITS pada tahun 2010 – 2014. Pada tahun 2014, penulis menyelesaikan Tugas Desain Pabrik *Pupuk NPK dengan Metode Steam Granulation* dan penelitian berjudul *Pembuatan Biodiesel dari Minyak Kelapa dengan Katalis H_3PO_4 secara Batch dengan Menggunakan Gelombang Mikro*

Penulis merupakan salah satu penerima beasiswa MUTIARA yang dinaungi oleh yayasan pengembangan SDM IPTEK. Penulis aktif mengikuti organisasi terutama organisasi kerohanian di kampus. Penulis sempat menjadi staff magang PSDM BEM ITS periode 2010 – 2011. Penulis juga pernah menjabat sebagai koordinator keputrian departemen Dana dan Usaha Kajian Islam Nurul Ilmi (KINI) Teknik Kimia FTI – ITS periode 2011-2012, koordinator keputrian departemen Tablighul Islam KINI Teknik Kimia FTI – ITS periode 2012 – 2013, dan coordinator muslimah wilayah FTI pusat FSLDJ JMMI ITS periode 2013 – 2014.